



Уральский  
федеральный  
университет

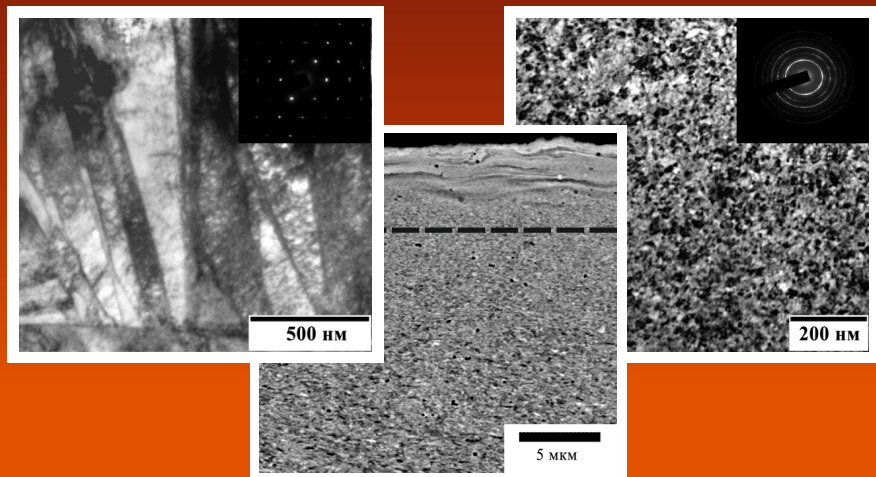
имени первого Президента  
России Б.Н.Ельцина

Институт новых материалов  
и технологий

**В. П. КУЗНЕЦОВ**  
**А. С. СКОРОБОГАТОВ**

# ТЕХНОЛОГИИ ФОРМИРОВАНИЯ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ НАНОСТРУКТУРИРОВАННОГО ПОВЕРХНОСТНОГО СЛОЯ КОНСТРУКЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ

Учебное пособие







Министерство науки и высшего образования  
Российской Федерации  
Уральский федеральный университет  
имени первого Президента России Б. Н. Ельцина

В. П. Кузнецов, А. С. Скоробогатов

# **ТЕХНОЛОГИИ ФОРМИРОВАНИЯ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ НАНОСТРУКТУРИРОВАННОГО ПОВЕРХНОСТНОГО СЛОЯ КОНСТРУКЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ**

---

Учебное пособие

Рекомендовано методическим советом  
Уральского федерального университета для студентов вуза,  
обучающихся по направлениям подготовки  
22.03.01, 22.04.01 — Материаловедение  
и технология материалов

Екатеринбург  
Издательство Уральского университета  
2020

УДК 62-97(075.8)

ББК 30.36я73

К89

Рецензенты:

*А. В. Макаров* — член-корреспондент РАН, доктор технических наук, заведующий отделом материаловедения Института физики металлов им. М. Н. Михеева УрО РАН, г. Екатеринбург

*Ю. П. Шаркеев* — доктор физико-математических наук, профессор, заведующий лабораторией физики наноструктурных биокomпозитов Института физики прочности и материаловедения Сибирского отделения Российской академии наук, г. Томск

Научный редактор — доктор технических наук, заведующий кафедрой термообработки и физики металлов Уральского федерального университета *А. А. Попов*

**Кузнецов, В. П.**

К89 Технологии формирования и методы исследования наноструктурированного поверхностного слоя конструкционных материалов : учебное пособие / В. П. Кузнецов, А. С. Скоробогатов ; Мин-во науки и высшего образования РФ. — Екатеринбург : Изд-во Урал. ун-та, 2020. — 188 с.

ISBN 978-5-7996-3014-0

Пособие посвящено современным представлениям о наноструктурировании конструкционных материалов методом интенсивной пластической деформации и развитии технологий нанокристаллизации поверхностных слоев сталей и сплавов для существенного повышения эксплуатационных свойств. Рассмотрены механизмы и основы построения технологии формирования наноструктурного состояния материала поверхностного слоя. Приведены результаты исследований свойств наноструктурированных поверхностей конструкционных материалов зарубежных и отечественных ученых. Большое внимание уделено разработанной и запатентованной авторами технологии NSB. Представлены современные методы исследований наноструктурированных поверхностных слоев.

Предназначено для студентов бакалавриата и магистратуры направления материаловедения и технологии новых материалов.

Табл. 15. Рис. 114. Прил. 3.

УДК 62-97(075.8)

ББК 30.36я73

ISBN 978-5-7996-3014-0

© Кузнецов В. П., Скоробогатов А. С., 2020

© Оформление. Уральский федеральный университет, 2020

---

# ВВЕДЕНИЕ

---

**Н**овые подходы к существенному повышению эксплуатационных свойств конструкционных материалов строятся на развитии нанотехнологий.

Современные нанотехнологии связывают улучшение физико-механических и эксплуатационных характеристик конструкционных материалов с измельчением их зеренной структуры до 100 нм и менее, что приводит к существенному увеличению объемной доли границ разделов и обуславливает уникальные эксплуатационные свойства, отличные от свойств основного объема металла. Наличие в наноструктуре квазиаморфной фазы обеспечивает эффективную релаксацию напряжений любого масштабного уровня и приводит к значительному повышению механических свойств и формированию так называемого «белого» слоя [1].

Создание материалов с повышенными прочностными характеристиками и экстремальными эксплуатационными свойствами может быть обеспечено на основе управления структурообразованием (субструктурным упрочнением) интенсивной пластической деформацией (ИПД) [2]. В результате пластического структурообразования, в поверхностном слое сталей и сплавов формируются фрагментированные субмикро- и нанокристаллические структуры.

Эффективными методами создания объемных нанокристаллических материалов являются равноканальное угловое прессование [2], кручение под высоким давлением [3], интенсивная прокатка, всесторонняя ковка [4] и др.

В настоящее время разработаны различные методы изготовления объемных нанокристаллических материалов. Однако пока существуют трудности их серийного производства и практического использования в промышленных целях.

Ресурс машин и оборудования определяется состоянием поверхностных слоев деталей, подвергаемых воздействию механических нагрузок, высоких температур, абразивной и коррозионной среды. Особенно остро стоит вопрос повышения надежности изделий при эксплуатации в экстремальных и непрерывных условиях нагружения. Таким образом, модификация поверхности путем измельчения зерен и формирование наноструктурированного слоя может улучшить как свойства, так и срок службы материала.

Традиционным методом создания наноструктурированного поверхностного слоя является нанесение покрытий с помощью методов распыления и электроосаждения из паровой фазы (PVD), химического осаждения (CVD) и магнетронного распыления.

Широкое применение в инженерии поверхности находят наноструктурированные тонкопленочные материалы и многокомпонентные упрочняющие покрытия [1, 5]. Для повышения износостойкости материалов широко применяются специальные защитные нанопокрyтия, обеспечивающие работу поверхностей изделий при высоких контактных напряжениях и температурах в условиях абразивных и окислительных сред. Наноструктурированные поверхностные слои и нанопокрyтия с размерами нанокристаллитов менее 100 нм обеспечивают высокую твердость, теплоемкость и пластичность.

Отношение твердости вдавливания к модулю упругости при размере зерен двухмерной структуры нанопокрyтий из борида тантала 10...20 нм достигает значений 0,147...0,173. Максимальная микротвердость наблюдается при толщине пленок 100...150 нм. Твердость вдавливания в наноструктурных покрyтиях обеспечивается в пределах 12...40 ГПа. Однако нане-

сенная наноструктурная пленка является сильно неравновесной системой. При сопряжении тонкого покрытия с подложкой формируется резко выраженный интерфейс, оказывающий существенное влияние на структурно-фазовые превращения в неравновесной структурной системе [1].

Главным недостатком применения наноструктурных покрытий является относительно низкая прочность сцепления покрытия с подложкой и различие их химического состава. Эти недостатки можно предотвратить путем формирования нанокристаллитов непосредственно в поверхностном слое конструкционного материала. Крупные зерна в поверхностном слое с помощью методов интенсивной пластической деформации (ИПД) поверхности могут быть уменьшены до нанометрового масштаба, в то время как общий фазовый состав материала остается неизменным [6].

Фундаментальные исследования наноструктурирования поверхностных слоев твердого тела рассматриваются в работах академика Е. В. Панина [1] и развиваются в таких областях науки, как наноматериаловедение [7], нанотрибология [8] и др.

Наноструктурирование поверхностного слоя металлов и сплавов направлено прежде всего на повышение трибологических, усталостных свойств и стойкости к коррозионному воздействию. Износостойкость наноструктурированных поверхностей сталей в условиях трения обеспечивается оптимальным сочетанием их прочности и пластичности. Сверхмелкие зерна (менее 8 нм) нанокристаллического слоя не повышают износостойкость стали вследствие повышения его хрупкости. В связи с этим необходимо обоснованно выбирать технологии и весьма точно назначать режимы обработки, поскольку интенсивная пластическая деформация с повышением прочности материала может привести к снижению пластичности и разрушению поверхностного слоя.

В зависимости от технологии наноструктурирующей обработки материала поверхностного слоя, изменение параме-

тров физико-механических, структурных и химических свойств по глубине может быть непрерывным (плавное, монотонное изменение параметров), дискретным (скачкообразное изменение параметров) или смешанным (оба случая одновременно). Особенно важно устанавливать закономерности изменения параметров наноструктурированного поверхностного слоя. По мере удаления от поверхности изменяются такие характеристики, как плотность дефектов, размеры фрагментов, субзерен и зерен. Из-за изменения параметров структуры, концентрации дефектов и фазового состава материала по глубине поверхностного слоя существенно меняются твердость, прочность, пластичность и другие свойства материала.

Выбор технологии формирования и оценка свойств наноструктурированного поверхностного слоя материалов и деталей является актуальным требованием современной подготовки материаловедов, а также специалистов в других областях.

Для исследования и контроля параметров поверхностного слоя материалов в наноструктурном состоянии необходимо изучить комплекс методов, приборов и стандартов, позволяющих определять топографию, физико-механические, структурные, химические и эксплуатационные свойства.

### *Список библиографических ссылок*

1. Панин, В. Е., Сергеев, В. П., Панин, А. В. Наноструктурирование поверхностных слоев конструкционных материалов и нанесение наноструктурных покрытий. — Томск : Изд-во Томского политехнического университета, 2008. — 286 с.
2. Валиев, Р. З., Александров, И. В. Наноструктурные материалы, полученные интенсивной пластической деформацией. — М. : Логос, 2000. — 272 с.
3. Бриджмен, П. В. Исследование больших пластических деформаций и разрыва. — М. : ИЛ, 1955. — 444 с.

4. An in situ transmission electron microscope study of the thermal stability of near-surface microstructures induced by deep rolling and laser-shock peening / I. Altenberger [et al.] // Scripta Materialia. — 2003. — Vol. 48. — P. 1593–1598.
5. Григорьев, С. Н., Волосова, М. А. Нанесение покрытий и поверхностная модификация инструмента. — М. : МГТУ «СТАНКИН», Янус-К, 2007. — 324 с.
6. Кузнецов, В. П., Скоробогатов, А. С. Теория, практика и перспективы развития технологии наноструктурирующего выглаживания // Вестник Рыбинской государственной авиационной технологической академии им. П. А. Соловьева. — 2017. — № 2 (41). — С. 184–194.
7. Алымов, М. И. Механические свойства нанокристаллических материалов — М.: МИФИ, 2004. — 32 с.
8. Bharat, B. Nanotribology and Nanomechanics: An Introduction. — Leipzig: Springer, 2008. — 1516 p.

---

# ГЛАВА 1. Теоретические основы и технологии формирования наноструктурированного поверхностного слоя интенсивной пластической деформацией

---

## *1.1. Современные представления о наноструктурировании конструкционных материалов интенсивной пластической деформацией*

Важную роль в процессе формирования наноструктурного состояния материала методом интенсивной пластической деформации (ИПД) играют высокое гидростатическое давление, мода деформации и история нагружения. Оптимальная мода деформации соответствует простому сдвигу с последующим изменением траектории деформирования (рис. 1.1).

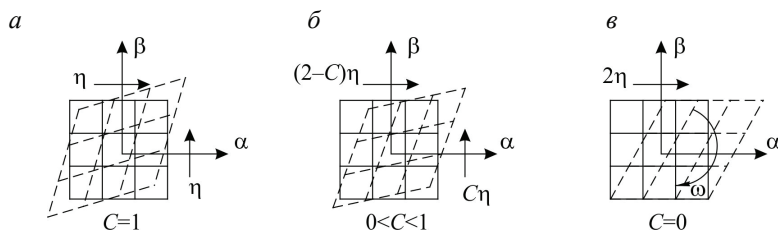


Рис. 1.1. Моды деформации материала в направлениях линий скольжения:  
*a* — чистый сдвиг; *б* — промежуточное состояние; *в* — простой сдвиг



В условиях простого сдвига, моменты сил, приложенных к фрагменту материала в направлениях главных напряжений, оказываются неуравновешенными

$$\sum M_0 = 4h^2 \left[ k(\dot{\varepsilon}_z) - k(\dot{\varepsilon}_y) \right] \neq 0,$$

где  $h$  — расстояние между локализованными полосами сдвига.

Это вызывает вращение фрагментов до тех пор, пока не восстановится состояние равновесия. Согласованное вращение фрагментов приводит к перераспределению деформаций в полосах сдвига и увеличивает углы разориентировки вдоль обоих главных направлений [1].

Для сравнения различных деформированных состояний с одинаковой интенсивностью скорости деформации  $\eta$  используется коэффициент моды деформации

$$C = 2(1 + \eta_\alpha / \eta_\beta)^{-1},$$

где  $\eta_\alpha$  и  $\eta_\beta$  — частное распределение интенсивности скорости деформации. Очевидно, что значение  $C$  находится в диапазоне 0...1. Предельные случаи соответствуют состояниям чистого ( $C = 1$ ) и простого ( $C = 0$ ) сдвигов.

Параметром деформированного состояния материала на каждом этапе простого нагружения является накопленная деформация

$$\varepsilon = \frac{\sum_{i=1}^N \cdot t_i}{\sqrt{3}},$$

где  $N$  — количество этапов нагружения;  $\eta_i$  — интенсивность скоростей сдвига;  $t_i$  — время.

На определенном этапе пластического деформирования, микролокализация течения материала в полосах сдвига приводит к ротационной локализации. Происходит перераспределение деформации за счет согласованного вращения фрагментов и увеличения угла их разориентировки. Эффект максимален

при простом сдвиге и исчезает при чистом сдвиге. Такой сдвиг, как известно, является наиболее благоприятной схемой напряженно-деформированного состояния твердого тела для обеспечения двойникования, мартенситных и других структурных превращений при пластическом деформировании сталей [2].

Существенным фактором при формировании нанозеренной структуры в материалах методами интенсивной пластической деформации является немонотонный характер деформирования. Более мелкая ячеистая структура с повышенной плотностью дислокаций формируется при импульсном нагружении материала [3].

Для решения задач управления технологией наноструктурирования необходимо установить связь макроскопических параметров деформации со структурными изменениями в материале поверхностного слоя, происходящими на мезо- и микроуровнях их строения.

В работе В. Е. Панина и др. [4] показано, что несовместимость деформации наноструктурированного поверхностного слоя и подложки (основного металла) неизбежно приводит к его множественному растрескиванию в условиях нагружения. Развитие растрескивания ультрадисперсного поверхностного слоя по сопряженным направлениям максимальных касательных напряжений является благоприятным условием и увеличивает пластичность материала. Характер множественного растрескивания зависит от толщины наноструктурированного слоя. В связи с этим актуален вопрос о существовании оптимальной толщины упрочненных поверхностных слоев, обеспечивающих повышение физико-механических свойств, включая пластичность материала.

Размеры нанозерен в модифицированной структуре поверхностного слоя зависят от природы материала, технологий термообработки и пластического деформирования. Для наноструктурирования поверхностей конструкционных сталей важно оптимизировать фазовый состав обрабатываемого материа-

ла и режимы технологии обработки, обеспечивающие развитие ротационно-сдвиговых механизмов интенсивной пластической деформации. Эти условия позволяют сформировать нанокристаллический слой максимальной глубины, оптимизированно-го состава и уровня дефектности [5].

Для стабильного формирования нанокристаллитов важно обеспечить температуру деформируемого материала ниже температуры порога рекристаллизации. Особенностью формирования наноструктурного состояния материалов, полученных методами интенсивной пластической деформации, является обеспечение оптимальной температуры нанокристаллизации при скорости деформации более  $10^3 \text{ с}^{-1}$  [6]. Данное условие определяет границы скоростей пластических деформаций, при которых в зоне их очага не должно происходить заметного деформационного разогрева.

Вопрос о физической природе предела измельчения фрагментов  $d^*$  при интенсивной пластической деформации до настоящего времени еще не решен. В работе [7] представлена модель достижимого предела измельчения зерен, учитывающая скорость и температуру ИПД

$$(d^*)^{3,5} \geq \chi(K/G)(\delta D_b^*/A_1 \xi \dot{\epsilon}_v)(G\Omega/kT),$$

где  $d^*$  — размер зерен;  $\chi$  — геометрический коэффициент;  $K$  — коэффициент Холла—Петча;  $G$  — модуль сдвига;  $\delta D_b^*$  — предэкспоненциальный множитель коэффициента зерноограниченной диффузии;  $A_1 \cong 10$ ;  $\xi$  — геометрический множитель, характеризующий степень однородности деформаций;  $\dot{\epsilon}_v$  — скорость внутризеренной деформации;  $\Omega$  — атомный объем;  $k$  — постоянная Больцмана;  $T$  — температура деформации.

Из приведенной зависимости следует, что при заданных условиях ( $G$ ,  $\delta D_b^*$ ,  $\Omega$ ), вследствие развития диффузионной аккомодации стыковых дисклинаций, появляется предел деформационного измельчения зерен  $d^*$ . Таким образом, управляемыми

параметрами, обеспечивающими достижение предельного измельчения зерен, являются температура  $T$  и скорость внутризеренной деформации  $\dot{\epsilon}$ , , которые в свою очередь зависят от уровня и скорости изменения локальных внутренних напряжений, возникающих в очаге деформации.

Для формирования однородной ультрамелкозернистой структуры материалов важным технологическим параметром является степень деформации (число деформационных проходов или воздействий). Известно [3], что существует порог степени деформации, после которого структура практически не измельчается. Так, при волочении проволоки и прокатке фольг, степень деформации не превышает 5...7.

Многократное нагружение твердого тела с изменением направления деформирования может обеспечить большие деформации. При этом изменение направления деформирования особенно важное значение имеет после локализации пластического течения в микрополосах сдвига [1].

Таким образом, при нагружении поверхностного слоя интенсивной пластической деформацией проявляется вся масштабная последовательность деформационных дефектов: дислокации, мезо- и макрополосы локализованной деформации, дисклинации, образование зон концентраторов напряжений, релаксация напряжений, фрагментация материала и формирование нанокристаллических структур, возникновение микропор и трещин, хрупкое разрушение материала.

В работе [8] показано, что при переменном нагружении поверхностного слоя, ротационно-сдвиговому движению подвергаются локальные объемы внутри отдельных кристаллитов, а также конгломераты зерен материала.

Анализ методов интенсивной пластической деформации позволил провести систематизацию условий наноструктурирования поверхностных слоев конструкционных материалов. Основными условиями формирования нанокристаллической структуры в поверхностных слоях методом ИПД являются:

- 1) создание интенсивного сжатия и многократного нагружения деформируемого материала с преобладанием моды простого сдвига во взаимно перпендикулярных направлениях;
- 2) развитие механизма ротационной пластичности и локализация деформации;
- 3) обеспечение немонотонности деформации и степени ее накопления более двух;
- 4) обеспечение скорости деформации более  $10^3 \text{ с}^{-1}$  и поддержание оптимальной температуры нанокристаллизации в режиме теплой деформации.

Для наноструктурирования поверхностных слоев конструкционных материалов, производственные технологии обработки, реализующие метод интенсивной пластической деформации, должны быть экономически эффективны, просты в реализации и обеспечивать требуемый уровень шероховатости.

### *1.2. Механические методы воздействия на поверхностный слой и технологии наноструктурирования*

Для нанокристаллизации поверхностного слоя конструкционных материалов применяются различные физические методы воздействия и основанные на их принципах промышленные технологии. Можно выделить следующие виды механических методов воздействия на поверхностный слой:

- 1) ударные;
- 2) ударно-фрикционные;
- 3) фрикционные;
- 4) комбинированные.

Нанокристаллизация поверхностей ударным воздействием реализуется в дробеструйной и пескоструйной обработке (*SP — shot peening, sand peening*) (рис. 1.2).

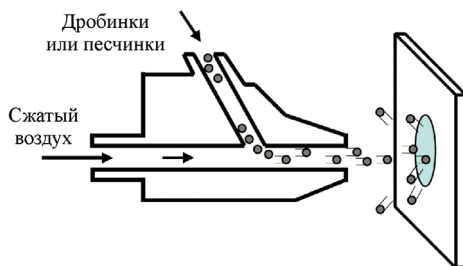


Рис. 1.2. Схема ударного воздействия на поверхностный слой при наноструктурировании материала дробеструйной и пескоструйной обработкой

В работе [9] показано, что пескоструйная обработка на специальных установках приводит к наноструктурированию поверхности метастабильной аустенитной стали марки AISI 304 и росту твердости, микромеханических свойств, коррозионной стойкости, сопротивления механическому и коррозионному износу.

Наноструктурирование поверхностей сталей ультразвуковой ковкой в вакууме и дробеструйной обработкой [10] повышает твердость и сопротивление коррозии в растворе NaCl. Однако следует отметить, что данный метод физического воздействия не позволяет реализовать в полной мере вышеприведенные условия наноструктурирования материала. В частности, практически не обеспечивается немонотонность деформаций с модой простого сдвига и стабильное поддержание оптимальной температуры нанокристаллизации.

Ударно-фрикционное воздействие на поверхностный слой металлическими и керамическими шариками с оптимальной частотой колебаний в вакууме используется в SMAT-технологии (*SMAT — surface mechanical attrition treatment*) нанокристаллизации (рис. 1.3). При соударении шариков с поверхностью под различными углами, в материале возникают одновременно большие напряжения сжатия и простого сдвига. Управление временем ударно-фрикционного воздействия по-

звolyет в полной мере реализовать условия наноструктурирования материала интенсивной пластической деформацией [11, 12].

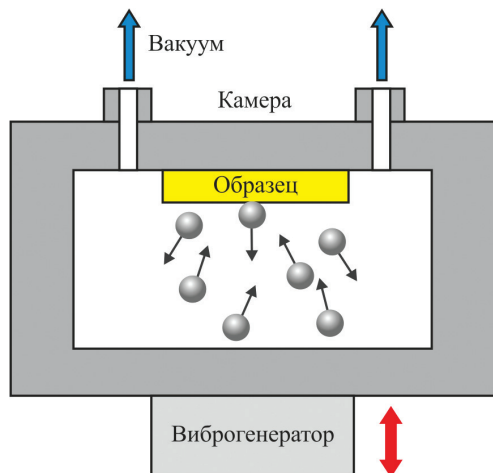


Рис. 1.3. Схема обработки поверхностного слоя методом SMAT

Обработка методом SMAT позволяет формировать на поверхности металлов градиентный слой со сверхтонкой и нанозернистой структурой.

Метод фрикционного воздействия и технология наноструктурирования поверхностных слоев конструкционных сталей и сплавов скользящим инструментом реализуется в условиях интенсивной пластической деформации сдвига, индуцированной трением скольжения. Как правило, фрикционное воздействие на поверхностный слой оказывается инструментом типа «палец» со сферическим или цилиндрическим наконечником (рис. 1.4).

Процесс диспергирования зеренной структуры поверхностного слоя до наноразмерного состояния зависит от следующих параметров:

- 1) контактного давления, напряжения и степени деформации сдвига;

- 2) шероховатости и коэффициента трения контактирующих поверхностей;
- 3) количества циклов фрикционного нагружения;
- 4) скорости скольжения и деформации;
- 5) температуры в зоне контакта.

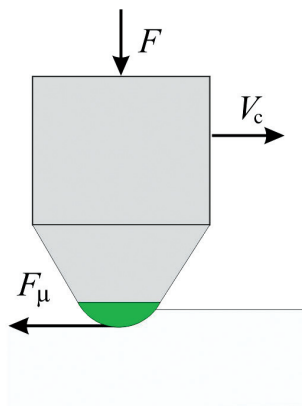


Рис. 1.4. Схема фрикционной обработки

При скольжении твердых тел в условиях интенсивной пластической деформации, обусловленной напряжениями сжатия и сдвига, происходит упрочнение материала и повышение микротвердости. Коршуновым Л. Г. показано, что высокий уровень сжимающих напряжений в зоне фрикционного контакта сталей и сплавов способствует формированию в тонком (менее 10 мкм) поверхностном слое нанокристаллических структур [13]. Для формирования нанокристаллической структуры железа, его сплавов и сталей различных классов величина контактного давления должна находиться в интервале 5...13 ГПа.

В работе Макарова А. В. и др. [14] выявлено, что при скольжении в условиях сухого трения, формирование наноструктуры и упрочнение поверхностных слоев углеродистой стали марки У13 возможно только в отсутствии фрикционного нагрева



при малой скорости скольжения 0,07 м/с (4,2 м/мин). Величина деформации сдвига в поверхностном слое металлов при трении ограничена изнашиванием и разрушением скользящих поверхностей, инициируемых растягивающими внешними напряжениями.

В работе А. В. Колубаева и др. [15] показано, что формирование нанокристаллического слоя толщиной от десятков до сотен микрометров в подповерхностном слое металлов или сплавов при скольжении связано с локализацией деформации и образованием полос сдвига.

В работе С. Ю. Тарасова и др. [16] отмечается, что формирование наноразмерных зерен при трении скольжения необходимо исследовать с позиций деформационного поведения и сдвиговой неустойчивости материала. Показано, что формирование нанокристаллического слоя имеет сходство с образованием полос сдвига в интенсивно деформируемом металле при условии термического размягчения трением и повышенной температуры. С точки зрения микроструктуры это размягчение означает, что фрагменты зерен, образованных интенсивной деформацией, подвергаются восстановлению и даже рекристаллизации, что снижает эффект упрочнения и формирования наноразмерных зерен при зернограницном проскальзывании.

Теоретическая и практическая реализация формирования нанокристаллической структуры при обработке скользящим индентором на станках с ЧПУ научно обоснована в работах В. П. Кузнецова и названа наноструктурирующим выглаживанием [17]. Наноструктурирующее выглаживание является перспективным методом формирования наноструктурного состояния материала поверхностного слоя в условиях производства деталей трибосопряжений на токарных станках и обрабатывающих центрах.

Схема поверхностного слоя по глубине после диспергирования материала интенсивной пластической деформацией приведена на рис. 1.5.

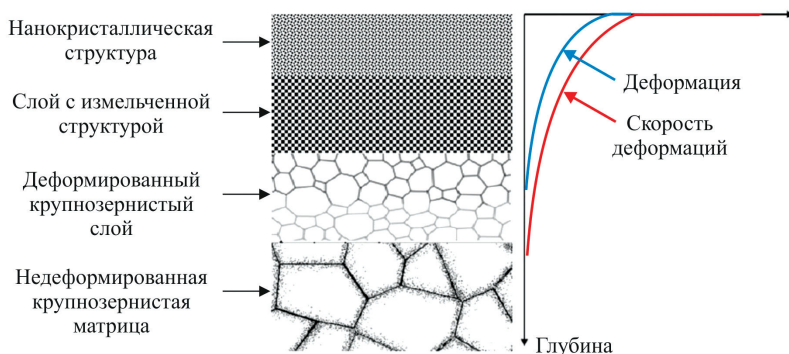


Рис. 1.5. Схематическое изображение поверхностного слоя с нанокристаллической структурой после диспергирования интенсивной пластической деформацией по глубине

Современные промышленные технологии (SMAT, RASP, NSB) позволяют сформировать однородную нанокристаллическую структуру с размерами зерен 10...100 нм толщиной в среднем 2...15 мкм.

При оптимальных режимах обработки обеспечивается степень деформации более 2 и скорость деформаций  $10^3...10^5 \text{ с}^{-1}$  с плавным градиентом по глубине. Аналогичный характер изменения по глубине слоя имеют и свойства деформируемого материала. Толщина упрочненного слоя с измельченной и крупнозернистой деформированной структурой может составлять 20...150 мкм и более.

Ключевым вопросом выбора технологии при наноструктурировании поверхностных слоев является назначение технологических параметров, определяющих напряжения сжатия и сдвига, и количество воздействий инструмента на микрообъемы материала.

В работе [18] показано, что, при наноструктурирующем выглаживании с большой силой трения и деформацией сдвига, на границе локализованных полос сдвига возникают трещины (рис. 1.6).

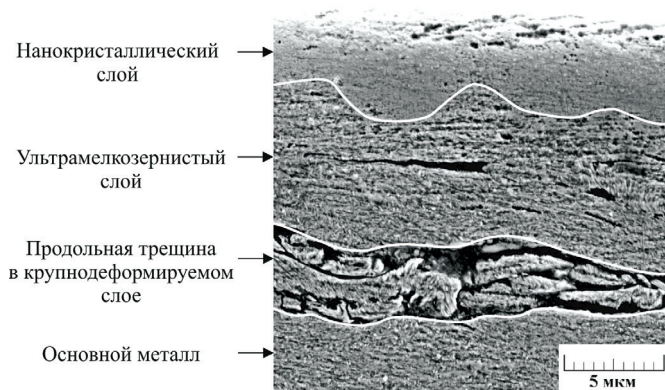


Рис. 1.6. Возникновение трещины на границе локализованных полос сдвига

### Контрольные вопросы

1. Дайте определение понятия «нанотехнология».
2. В чем состоит междисциплинарность нанотехнологии как направления и каково ее значение для научно-технического прогресса?
3. Перечислите приоритетные направления развития нанотехнологий.
4. Какими размерами зерен (слоев, включений, пор) характеризуются наноматериалы?
5. Каковы особенности поверхностей раздела в конструктивных наноматериалах?
6. Назовите основные размерные эффекты в наноматериалах.
7. Назовите основные причины неравновесного состояния наноматериалов.
8. Каково влияние размера зерна на температуру фазовых переходов?

9. Сравните механические свойства обычного и наноструктурного материала: предел прочности, модуль упругости, относительное удлинение и др.
10. Каковы условия реализации метода интенсивной пластической деформации при наноструктурировании материалов?
11. Охарактеризуйте основные пути использования наноструктурированных поверхностей конструкционных материалов в машиностроении.
12. Дайте общую характеристику градиентного наноструктурированного поверхностного слоя.
13. Расскажите о материаловедческих проблемах при формировании наноструктурированных поверхностных слоев сталей и сплавов.
14. Каковы преимущества применения нанокристаллических поверхностей в трибосопряжениях?
15. В чем заключаются механизмы пластической деформации и особенности формирования механических и эксплуатационных свойств при наноструктурировании поверхностного слоя металлов?
16. В чем состоят основные механизмы упрочнения и повышения износостойкости поверхностного слоя при наноструктурирующей обработке?
17. Приведите доказательства возможности наноструктурирования поверхностных слоев ударно-фрикционным и фрикционным механическим воздействием.

### *Список библиографических ссылок*

1. Сегал, В. М. Процессы обработки металлов интенсивной пластической деформацией // Металлы. — 2006. — № 5. — С. 130–141.
2. Смирнов, С. В., Швейкин, В. П. Пластичность и деформируемость углеродистых сталей при обработке давлением. — Екатеринбург : УрО РАН, 2009. — 255 с.

3. Утяшев, Ф. З. Современные методы интенсивной пластической деформации. — Уфа : УГАТУ, 2008. — 313 с.
4. Панин, В. Е., Сергеев, В. П., Панин, А. В. Наноструктурирование поверхностных слоев конструкционных материалов и нанесение наноструктурных покрытий. — Томск : Изд-во Томского политехнического университета, 2008. — 286 с.
5. Формирование высококачественных поверхностей деталей из коррозионностойкой стали выглаживанием специальным инструментом с узлом динамической стабилизации на токарно-фрезерном центре / В. П. Кузнецов [и др.] // Упрочняющие технологии и покрытия. — 2011. — № 8. — С. 3–15.
6. Скоробогатов, А. С. Управление формированием структуры и свойств : дис. ... канд. техн. наук: 05.16.09: защищена 21.06.18: утв. 12.12.18. — Екатеринбург, 2018. — 134 с.
7. Влияние температуры интенсивной пластической деформации на предел диспергирования зерен в металлах и сплавах / Ю. Г. Лопатин [и др.] // Вестник Нижегородского университета им. Н. И. Лобачевского. — 2010. — № 5 (2). — С. 132–137.
8. Панин, В. Е., Елсукова, Т. Ф. Деформация и разрушение поликристаллов при знакопеременном нагружении как диссипативный процесс // Синергетика и усталостное разрушение металлов / под ред. В. С. Ивановой. — М. : Наука, 1989. — С. 113–138.
9. Wang, X. Y., Li, D. Y. Mechanical, electrochemical and tribological properties of nano-crystalline surface of 304 stainless steel // Wear. — 2003. — Vol. 255. — P. 836–845.
10. Wang, T., Yu, J., Dong, B. Surface nanocrystallization induced by shot peening and its effect on corrosion resistance of 1Cr18Ni9Ti stainless steel // Surface & Coatings Technology. — 2006. — Vol. 200. — P. 4777–4781.
11. Faghihi, S., Li, D., Szpunar, J. A. Tribocrossion behaviour of nanostructured processed by high-pressure torsion // Nanotechnology 21, 485703 (2010).
12. An investigation of surface nanocrystallization mechanism in Fe induced by surface mechanical attrition treatment / N. R. Tao [et al.] // Acta Mater. 50, 4603 (2002).

13. Влияние напряженного состояния зоны фрикционного контакта на формирование структуры поверхностного слоя и трибологических свойств сталей и сплавов / Л. Г. Коршунов, В. А. Шабашов, Н. Л. Черненко, В. П. Пилюгин // *Физика металлов и металловедение*. — 2008. — Т. 105, № 1. — С. 70–85.
14. Влияние упрочняющей фрикционной обработки на химический состав, структуру и трибологические свойства высокоуглеродистой стали / А. В. Макаров [и др.] // *Физика металлов и металловедение*. — 2010. — Т. 110, № 5. — С. 530–544.
15. Эволюция структуры поверхностного слоя металлов в условиях трения скольжения / А. В. Колубаев [и др.] // *Трение и износ*. — 2007. — Т. 28, № 6. — С. 582–590.
16. Тарасов, С. Ю., Рубцов, В. Е. Сдвиговая неустойчивость в подповерхностном слое материала при трении // *Физика твердого тела*. — 2011. — Т. 53 (2). — С. 336–340.
17. Кузнецов, В. П., Скоробогатов, А. С. Теория, практика и перспективы развития технологии наноструктурирующего выглаживания // *Вестник Рыбинской государственной авиационной технологической академии им. П. А. Соловьева*. — 2017. — № 2 (41). — С. 184–194.
18. Kuznetsov, V. P., Tarasov, S. Yu., Dmitriev, A. I. Nanostructuring burnishing and subsurface shear instability // *Journal of Materials Processing Technology*. — 2015. — 217. — P. 327–335.

---

## ГЛАВА 2. Промышленная технология наноструктурирования поверхностей SMAT-обработкой

---

### *2.1. Схема и основные параметры процесса*

**В** настоящее время SMAT-обработка — распространенный производственный процесс, основанный на интенсивном воздействии сферических элементов на поверхность заготовки.

Промышленная SMAT-установка для SMAT-обработки плоских поверхностей с одной рабочей камерой (рис. 2.1, *а*) содержит камеру из нержавеющей стали диаметром 80 мм и высотой 90 мм, которая возвратно-поступательно движется от кривошипно-шатунного привода. Обрабатываемый образец фиксируется на верхней крышке камеры. Привод осуществляется от электродвигателя с номинальной мощностью 3 кВт, скорость вращения которого регулируется инвертором. Возвратно-поступательное движение камеры вызывает многочисленные удары сферических элементов о поверхность образца случайным образом. Такая система ударов направлена в довольно узком диапазоне углов траекторий и скоростей движения сферических элементов (рис. 2.1, *б*).

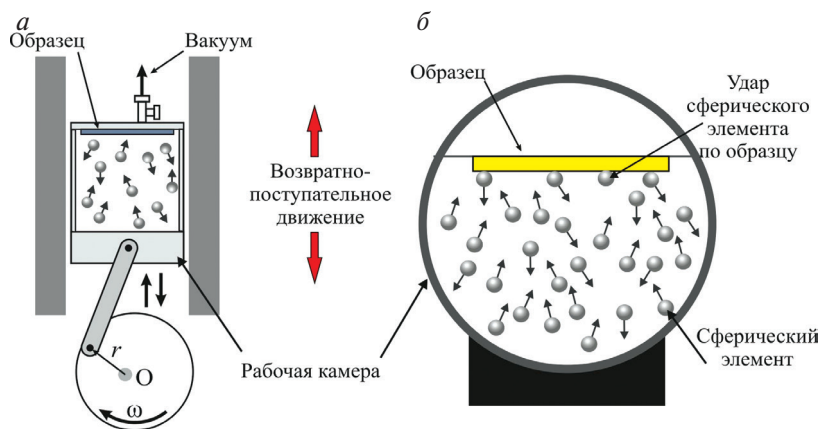


Рис. 2.1. Промышленная установка для реализации наноструктурирования плоских поверхностей методом SMAT:

*а* — вибропривод рабочей камеры; *б* — траектория движения сферических элементов в рабочей камере

Схема промышленной SMAT-установки с двумя рабочими камерами приведена в прил. 1.

В зависимости от обрабатываемого материала используются шарики с диаметрами 3...10 мм. Обычно применяются сферические из стали марки ШХ15 или керамические, из карбида вольфрама, шарики с весьма гладкой поверхностью с  $Ra = 0,04...0,08$  мкм. Частота вибрации камеры находится обычно в диапазоне от 50 Гц до ультразвука. Частота колебаний шаров определяется исходя из наиболее эффективной передачи энергии материалу образца. Поверхность уплотняется и нанокристаллизуется наибольшим количеством воздействий от подвижных шаров в течение наименьшего периода времени.

Скорость шара может быть в диапазоне 1...20 м/с и устанавливается в зависимости от типа и размера шарика, геометрического дизайна камеры, характеристики генератора и частоты вибрации. Скорость шарика в вибрационной камере является случайной, как и направление удара на поверхность плоского



образца. Каждое воздействие шарика вызывает пластическую деформацию в материале поверхностного слоя образца с высокой скоростью, до  $10^3 \text{ с}^{-1}$ .

Технология SMAT имеет свои преимущества.

Во-первых, формирование наноструктуры с использованием метода SMAT происходит постепенно и градиентно от поверхности внутрь материала без какого-либо интерфейса.

Во-вторых, многократные воздействия шариков при высоких скоростях обеспечивают высокую степень пластической деформации и измельчение зерен до нанометрового масштаба. Максимальная износостойкость наноструктурированной поверхности после обработки SMAT в условиях сухого трения скольжения наблюдается при обеспечении среднего размера зерна 32 нм. Однако, с формированием сверхмелких зерен с размером менее 8 нм, износостойкость стали не повышается вследствие значительной хрупкости нанокристаллического слоя.

Недостатки технологии SMAT-обработки связаны с невозможностью наноструктурирования сложных типов поверхностей (сферических, цилиндрических).

## 2.2. Механизмы нанокристаллизации материалов с высокой энергией дефектов упаковки

Микроструктурные исследования N. R. Тао и др. на чистом железе [1] выявили схемы измельчения зеренной структуры в поверхностном слое во время SMAT-процесса (рис. 2.2).

На основании микроструктурных наблюдений в различных срезах материала с различными степенями деформации, в деформированном поверхностном слое были выявлены следующие процессы (этапы) измельчения зерна:

- 1) развитие плотных дислокационных стенок (*dense dislocation walls — DDWs*) и дислокационных клубков (*dislocation tangles — DTs*) в исходных зернах и измельченных ячейках;

- 2) трансформация DDWs и DTs в субграницы с малыми разориентировками, отделяющими отдельные ячейки или субзерна;
- 3) эволюция субграниц до сильно разориентированных границ субзерен;
- 4) накопление дислокация внутри зерен и образование DDWs и DTs в субзернах.

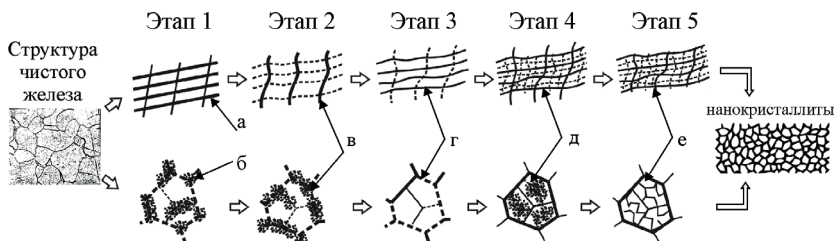


Рис. 2.2. Схематическая иллюстрация процесса измельчения зерна пластической деформацией в чистом железе:

*а* — плотная дислокационная стенка; *б* — дислокационный клубок;  
*в* — границы субзерен; *г* — разориентировка границ; *д* — накопление дислокаций внутри зерен; *е* — образование DDWs и DTs в субзернах

Как видно на рис. 2.2, дислокационная активность в образце из чистого железа, имеющего высокую удельную поверхностную энергию дефектов упаковки (*stacking fault energies* — *SFE*), после SMAT-обработки приводит к образованию DDWs и DTs в поверхностном слое. Расширение этих дислокаций приводит к дроблению исходных зерен путем образования отдельных дислокационных ячеек, которые отделяются соответственно по DDW- и DT-схеме (этап 1). Интервал DDWs напрямую связан с размерами дислокационной ячейки (*L*) и образуется в крупных зернах, являясь функцией действующего напряжения сдвига ( $\tau$ ) согласно соотношению [2]

$$L = 10Gb/\tau,$$

где *G* — модуль сдвига; *b* — вектор Бюргерса.

Очевидно, что, при увеличении напряжения сдвига от ударно-фрикционного воздействия шариков, плотность дислокаций ячеек увеличивается, что приводит к уменьшению интервала DDW и размера ячеек.

Разнонаправленное воздействие шаров при SMAT-обработке может привести к смене систем скольжения внутри того же зерна. Дислокации взаимодействуют не только с другими дислокациями в текущих активных системах скольжения, но и с неактивными дислокациями, возникшими при деформации. Следовательно, при SMAT-обработке зерна могут более эффективно подразделяться на DDWs и DTs по сравнению с более простыми процессами деформации, такими как кручение под высоким давлением [3]. Уничтожение и перестройка дислокаций происходят при DDWs и DTs на определенном уровне деформации, чтобы минимизировать общую энергию системы. Этап 2 на рис. 2.2 изображает этот процесс и последующее превращение в субграницы, которые разделяют отдельные ячейки. Формирование субграниц будет уменьшать плотность ячеистых дислокаций, и следовательно, микронапряжение в ячейке будет падать.

При дальнейшем увеличении напряжения и деформации сдвига, ориентация зерен относительно соседних зерен становится случайной с сильно дезориентированными границами зерна (этап 3 на рис. 2.2). Увеличение дезориентации между соседними зернами возникает из-за накопления и уничтожения дислокаций в границах зерен или (альтернативно) поворота зерен относительно друг друга (этап 4 на рис. 2.2).

Процесс вращения зерна будет ускоряться по мере того, как размер зерна будет уменьшаться [4]. С дополнительным увеличением напряжения, DDWs и DTs могут образовываться внутри измельченных зерен и субзерен (этап 5 на рис. 2.2), что указывает на то, что измельченные субзерна и зерна могут разделяться по аналогичному механизму. Равноосные субзерна с разной конфигурацией дислокаций и границ приведены на рис. 2.3.

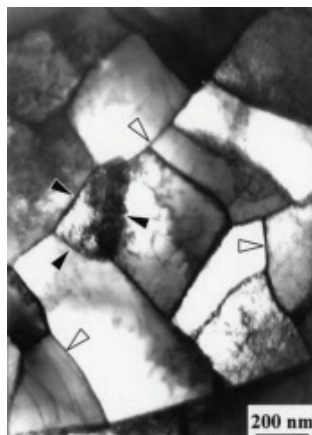


Рис. 2.3. Равноосные субзерна с разной конфигурацией дислокаций и границ: DDWs — черные треугольники; DTs — белые треугольники

При увеличении напряжения, разделение происходит на все более и более мелком масштабном уровне. При некотором увеличении числа дислокаций, скорость роста уравнивается скоростью аннигиляции, при этом дальнейший рост напряжения не может уменьшать размер субзерен и происходит стабилизация размера зерен.

В рамках процесса SMAT тонкий поверхностный слой деформируется при высокой скорости деформации ( $10^3 \text{ с}^{-1}$ ). Скорость деформации резко падает с ростом глубины от поверхности. Высокая скорость деформации и высокие напряжения вызывают образование высокой плотности дислокаций и DDWs с расстояниями в нанометровом диапазоне. При этом образуются ламельные дислокационные ячейки и субзерна наноразмерной ширины (рис. 2.4), которые в конечном итоге превращаются в равноосные наноразмерные зерна в результате эволюции DDWs и границ субзерен вдоль короткой оси [1].

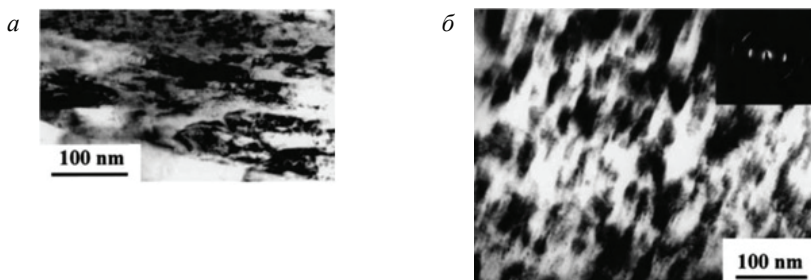


Рис. 2.4. Микроструктура поверхностного слоя стали марки AISI 304 после SMAT-обработки:

*a* — пластинчатые нанокристаллиты; *б* — равноосные нанокристаллиты с небольшими углами разориентировки

Как только размер зерна уменьшается до наноразмерного масштаба, вращение зерна и скольжение границы зерна будет осуществляться легче по сравнению с крупным зерном. В результате этого в поверхностном слое происходит образование случайно ориентированных равноосных нанокристаллитов со случайными границами зерен.

### 2.3. Механизмы нанокристаллизации материалов с низкой энергией дефектов упаковки

Механизм измельчения зерна в поверхности материалов с низкой энергией дефектов упаковки SFE отличается от аналогичного механизма в материалах с высоким значением SFE.

Аустенитная нержавеющая сталь — это конструкционный материал со структурой ГЦК и SFE равной  $17 \text{ мДж/м}^2$ , что значительно ниже, чем у других материалов с ГЦК-структурой, таких как Ni ( $128 \text{ мДж/м}^2$ ), Cu ( $78 \text{ мДж/м}^2$ ) и Al ( $166 \text{ мДж/м}^2$ ). Благодаря низкой SFE, при пластической деформации активация дислокаций совершенно отличается от активации дислокаций в других материалах.

В работе [5] показан механизм измельчения зерен в нержавеющей стали марки AISI 304. Перед выполнением SMAT-обработки образец был подвергнут отжигу в вакууме при 1080 °C в течение 1 ч. На рис. 2.5 показан XRD-профиль образцов, подвергнутых отжигу и SMAT-обработке.

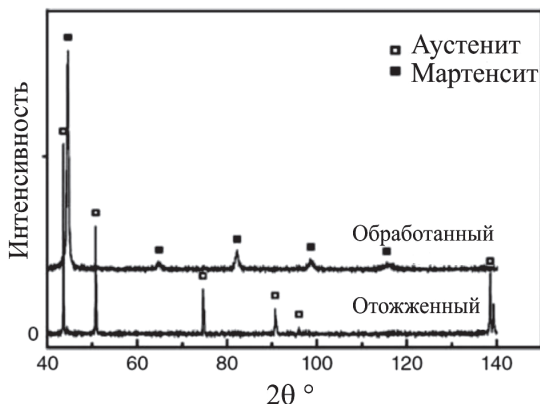


Рис. 2.5. Рентгеноструктурный анализ образца, подвергнутого отжигу и SMAT-обработке

Отожженный образец состоит из аустенита (ГЦК-структура с параметром решетки 0,361 нм), в то время как после SMAT-обработки образец содержит мартенсит с ОЦК-решеткой размером 0,2865 нм. Следовательно, деформационный мартенсит из аустенита появляется в поверхностном слое после процесса SMAT. Увеличение ширины пиков образцов, подвергнутых SMAT, объясняется измельчением зерен и увеличением нагрузки на решетку. Анализ XRD (*X-ray diffraction*) показывает, что средний размер зерна в поверхностном слое обрабатываемого образца составляет около 11 нм. На рис. 2.6 показаны тонкие структуры ПЭМ в образце, обработанном SMAT, на глубине 300 мкм, где плоские дислокационные линии и дефекты укладки очевидны.

Плоские дислокационные линии пересекаются под углом приблизительно 70,5° между двумя [111] кристаллографически-

ми плоскостями. Этот тип расположения и образования дислокаций отличается от того, что показано в DDWs-образце Fe после процесса SMAT.

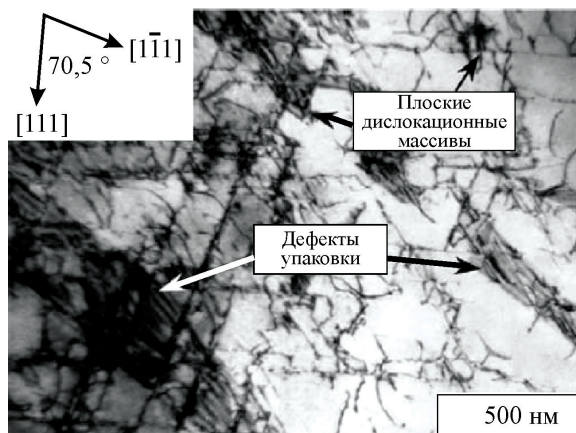


Рис. 2.6. ПЭМ-изображение образца, обработанного SMAT, на глубине 300 мкм

На рис. 2.7 показаны наблюдения ПЭМ на глубине 100 мкм, где блоки с правильной формой и ровными прямыми границами образованы пересечениями между механическими двойниками.

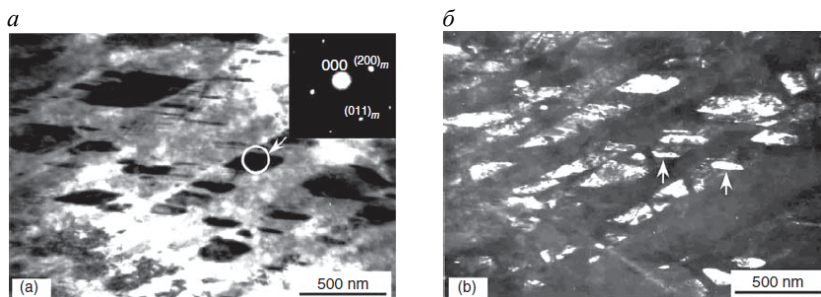


Рис. 2.7. ПЭМ-изображения сечения образца на глубине 100 мкм:  
а — светопольное; б — темнопольное

Проведенный анализ микроструктуры показал, что мартенситная фаза возникает в некоторых блоках из-за пересечения между механическими двойниками. Процесс измельчения зерен можно разделить на три отдельных этапа:

- 1) формирование плоских дислокационных линий и механических дислокаций;
- 2) деление зерна по двойникам и мартенситным деформациям;
- 3) формирование малоугловых границ нанокристаллов.

Механизм измельчения зерен в вышеупомянутых металлах схематично показан на рис. 2.8.

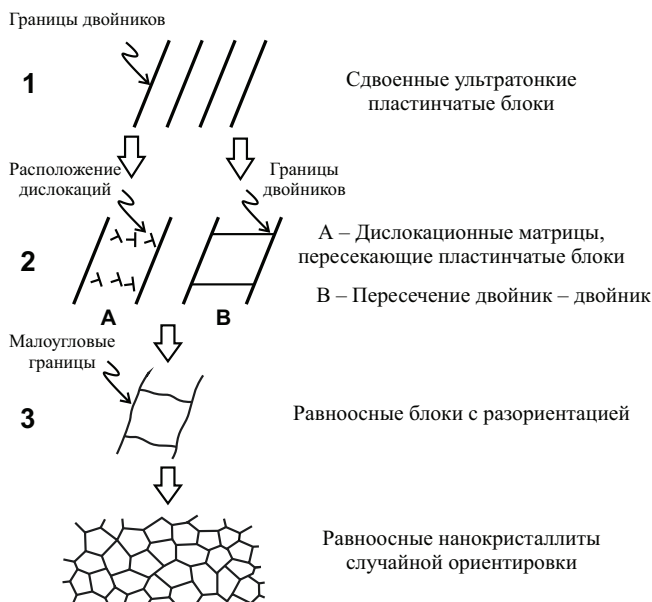


Рис. 2.8. Схема измельчения зерен до нанокристаллитов в поверхностном слое материала с низким значением SFE

Дислокации, вызванные деформацией в фазе аустенита, скользят в основном на плоскостях  $[111]$  и образуют дополни-



тельные дислокации вместо DDWs (в ОЦК Fe). Отсутствие образования DDWs связано с более низким значением SFE, что препятствует продольному скольжению небольших дислокаций для образования дислокационных клеток, а вместо этого линии дислокаций и двойники развиваются на плоскостях  $[111]$  (шаг 1 на рис. 2.8).

При дальнейшем увеличении напряжения, двойники пересекаются в различных  $[111]$  плоскостях. Кроме того, двойники могут пересекаться с плоскими дислокациями и делить исходные зерна аустенита в блоки. Деформационно-индуцированное мартенситное превращение — распространенное явление в нержавеющей стали марки AISI 304, подвергаемой пластической деформации (рис. 2.9).

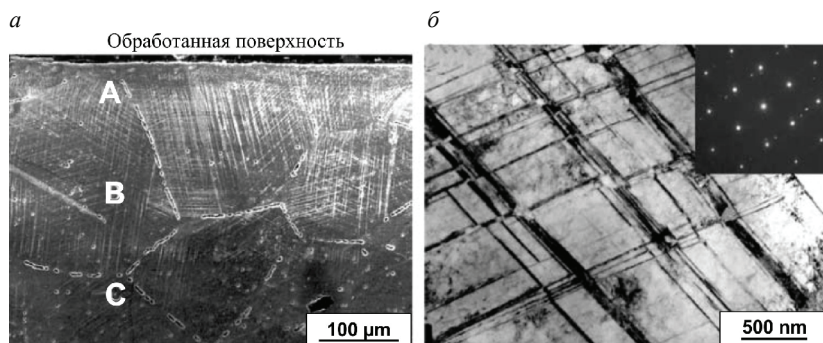


Рис. 2.9. РЭМ-изображение (а) микроструктуры в тонком поверхностном слое стали марки AISI 304 после SMAT-обработки с трех-, двух- и однонаправленными механическими двойниками А, В и С; ПЭМ-изображение (б) микроструктуры на глубине около 150 мкм

Вышеупомянутые механизмы подразумевают, что пересечение двойник — двойник создает ромбические блоки с измененной ориентацией, которые граничат с большеугловыми границами. Эти границы отличаются от границ дислокаций, образованных в других пластически деформированных материалах со средним или высоким значением SFE [6]. Они характери-

зуются как большеугловые границы, а не как дислокационные границы. Поэтому большеугловые границы способны поглощать дислокации и расширять их до границ разориентации.

Высокая приложенная к поверхности деформация, скорость деформации и воздействие шаров в различных направлениях активируют несколько систем двойникования, где двойники указывают на значительное уменьшение толщины. Сгенерированные двойники пересекаются не только с другими двойниками, образованными в той же системе, но и с теми, которые были получены в предыдущей системе, и, наконец, создают наноразмерные зерна со случайными направлениями из-за пересечения между очень маленькими близнецами. Формирование случайных направлений обусловлено проскальзыванием границ зерен или вращением зерен. Более того, скольжение по границам зерен происходит с большим преимуществом при малом размере зерен — до наноразмеров (шаги 3 и 4 на рис. 2.8).

#### *2.4. Свойства поверхностного слоя нержавеющей стали после SMAT-обработки*

Микротвердость при SMAT-обработке стали исследована в работе [6]. Распределение микротвердости после SMAT-обработки по глубине в зависимости от ее продолжительности показано на рис. 2.10, *а*. При глубине более 0,5 мм микротвердость образцов постепенно уменьшается и приближается к исходному значению 1,5 ГПа при нагрузке 4,9 Н. При увеличении длительности SMAT-обработки, микротвердость поверхности повышается. Однако при обработке более 10 мин, повышения микротвердости не происходит.

На рис. 2.10, *б* показано влияние количества сферических элементов на распределение микротвердости по глубине. Необходимо отметить, что микротвердость поверхности увеличивается при использовании дополнительных шаров. Как показано на рис. 2.11, увеличение скорости вращения двигателя (часто-

ты) и диаметра сферических элементов также увеличивает микротвердость поверхности.

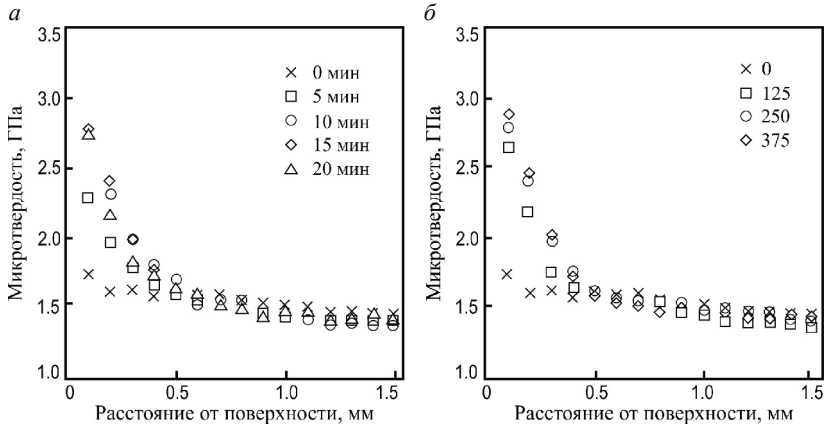


Рис. 2.10. Влияние продолжительности обработки (а) и количества сферических элементов (б) на изменение микротвердости по глубине поверхностного слоя

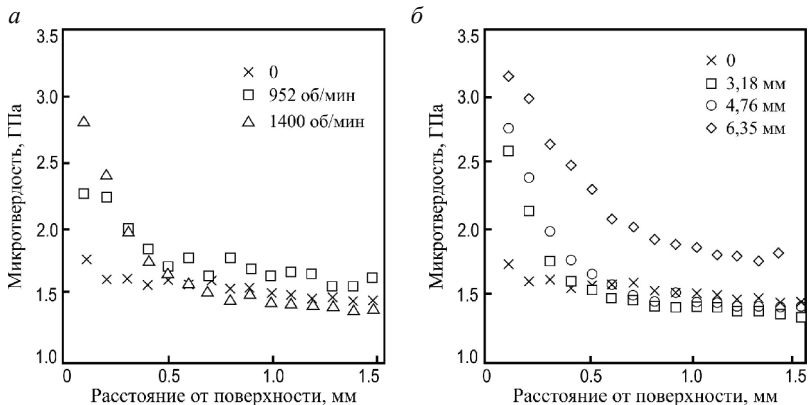


Рис. 2.11. Влияние скорости вращения двигателя (а) и диаметра сферических элементов (б) на изменение микротвердости по глубине поверхностного слоя

Шероховатость поверхности после обработки методом SMAT, как правило, увеличивается. Это объясняется формированием ударных кратеров на обработанной поверхности при ударе сферических шариков. Во время удара вокруг кратера формируется валик оттесненного металла и возникает пара вершин и впадин на ударной поверхности (рис. 2.12). Поскольку высота новой пары «валик — впадина» выше, чем у исходной поверхности, шероховатость может увеличиться.

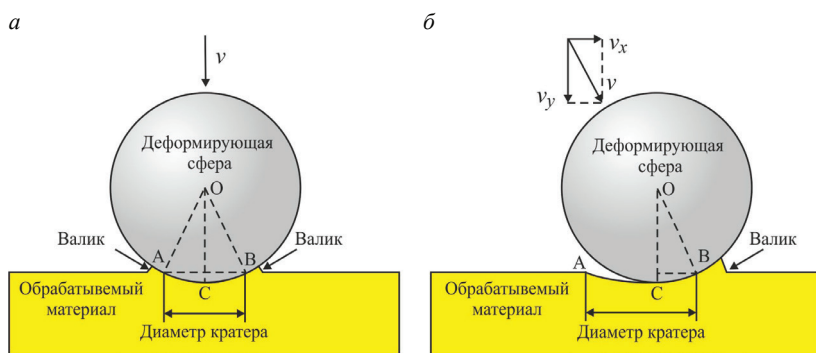


Рис. 2.12. Схема формирования рельефа поверхности:

а — при ударе, направленном по нормали; б — при ударе под углом

Обычно выделяют три стадии эволюции шероховатости поверхности при SMAT-обработке.

На первой стадии шероховатость увеличивается из-за образования валиков и впадин. Рельеф поверхности неоднороден, т. к. некоторая ее часть еще не затронута, а другая неоднократно затронута сферическими шариками.

На второй стадии уже вся поверхность образца покрыта зубцами и кратерами, а некоторые места затронуты многократно. При этом высота валиков на поверхности несколько уменьшается, а глубина впадин больше не зависит от повторного воздействия.

Третья стадия представляет собой стационарное состояние поверхности, при котором шероховатость поверхности почти постоянна, т. к. больше не происходит существенных изменений высоты валиков и глубин впадин. На данной стадии скорость формирования высоты валиков и впадин находится в динамическом равновесии с их уменьшением.

На рис. 2.13 показано, что увеличение времени SMAT-обработки приводит к формированию большего количества кратеров. Кратеры выглядят как темные пятна, тогда как участки, на которые еще не воздействовали сферические шарики, более яркие.

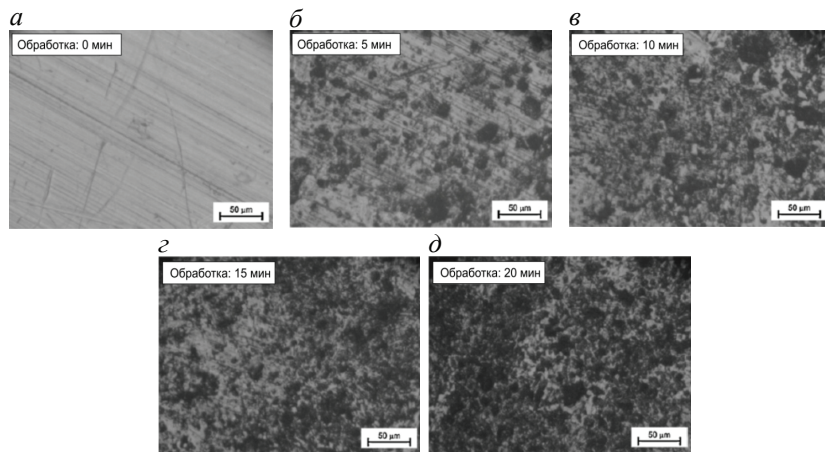


Рис. 2.13. Структура поверхности стали марки AISI 316L после SMAT-обработки с различной длительностью, мин:

*a* — 0; *б* — 5; *в* — 10; *г* — 15; *д* — 20

Влияние длительности SMAT-обработки на шероховатость поверхности образцов показано на рис. 2.14, *a*. Шероховатость *Ra* образца в первые 5 мин SMAT-обработки увеличивается от 0,046 до 0,909 мкм. Однако после обработки в течение 5 мин,

средняя шероховатость уменьшается и приближается почти к постоянному значению с отклонением ( $\pm 0,7$ ) мкм.

На рис. 2.14, б показана шероховатость поверхности образцов после SMAT-обработки с различным количеством сфер. После обработки с использованием от 250 до 375 шариков, величина  $Ra$  относительно постоянна. При увеличении количества сфер от 125 до 250, значение  $Ra$  увеличивается от 0,703 до 0,777 мкм, но немного уменьшается до 0,738 мкм при использовании 375 шариков.

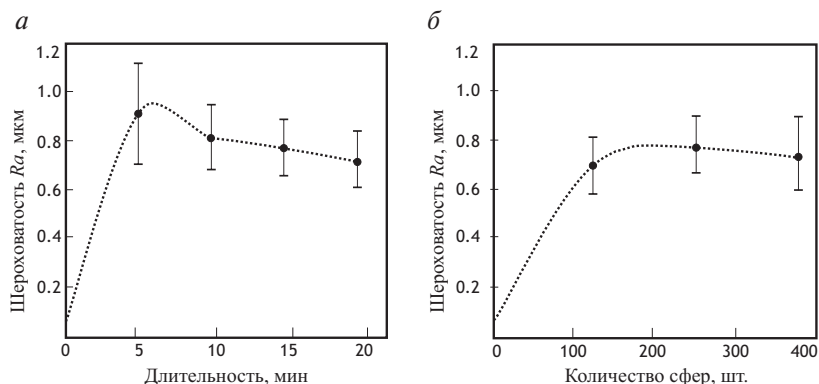


Рис. 2.14. Влияние длительности обработки (а) и количества сфер (б) на шероховатость поверхности

На рис. 2.15, а показано, что увеличение скорости вращения двигателя от 952 до 1400 об/мин незначительно изменяет шероховатость поверхности, величина  $Ra$  увеличивается от 0,773 до 0,777 мкм. На рис. 2.15, б показано уменьшение значения  $Ra$  по мере использования шариков с большим диаметром. SMAT-обработка с помощью шариков диаметром 6,35 мм дает самое низкое значение  $Ra$  по сравнению с обработкой шариками диаметром 4,76 и 3,18 мм.

Для изучения термической стабильности наноструктурированного слоя стали, образцы из стали марки 316L, подвергну-

тые SMAT-обработке, были заключены в стеклянную пробирку и отожжены в вакууме при температуре 100...800 °С в течение 10 мин. Результаты показали, что наноструктурное состояние материала поверхностного слоя сохраняется до 600 °С.

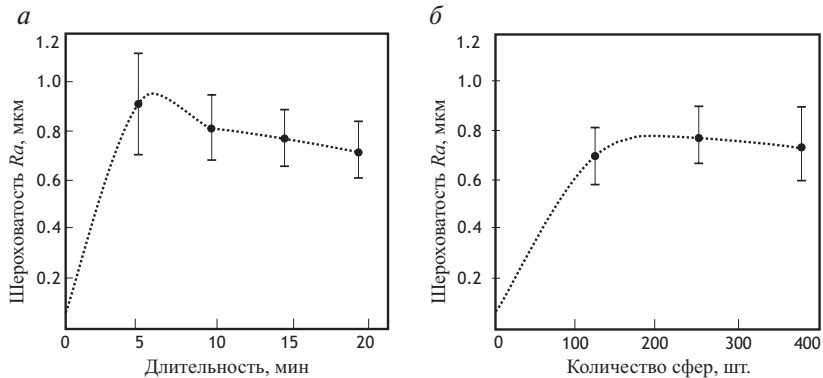


Рис. 2.15. Влияние скорости вращения двигателя (а) и диаметра сфер (б) на шероховатость поверхности

Модификация поверхности путем создания наноструктурированного поверхностного слоя по технологии SMAT значительно улучшает общие физические свойства исходного материала. Измельченные зерна, дислокации и механические двойники могут способствовать быстрой диффузии в нержавеющей стали и показать преимущества в отношении ее механических свойств. Например, быстрая диффузия азота в нержавеющей стали марки AISI 321 будет не только формировать более толстый нитридный слой, но создавать плавный градиент твердости в нитридном слое [7]. Таким образом, твердость и износостойкость нитридного слоя на образцах, которые были обработаны поверхностным механическим истиранием SMAT, были улучшены по сравнению с необработанной поверхностью. Исследования под различными нагрузками на чистом титане со SMAT-индуцированной нанокристаллической поверхно-

стью показали улучшение трибологического поведения, в т.ч. снижение объема изнашивания.

SMAT-обработка увеличивает коррозионную стойкость поверхностного слоя за счет измельчения зерна.

### 2.5. Развитие SMAT-технологии наноструктурирования поверхностей: RASP- и SNH-обработка

В работах [8, 9] предложен инновационный метод поверхностной нанокристаллизации — ротационно-ускоренная дробеструйная обработка (*RASP* — *Rotationally Accelerated Shot Peening*) (рис. 2.16).

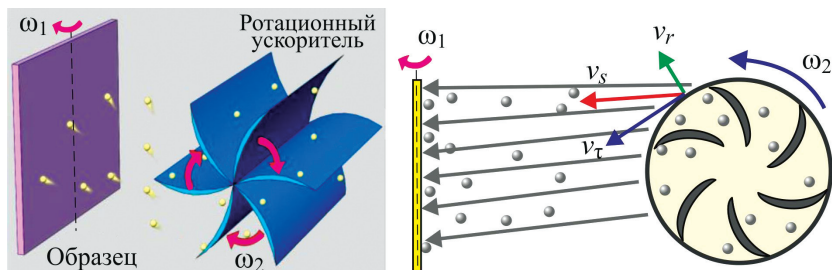


Рис. 2.16. Схематическое изображение процесса RASP:

$\omega_1$ ,  $\omega_2$  — угловая скорость вращения образца и ротационного ускорителя;  $v_r$ ,  $v_\tau$ ,  $v_s$  — радиальная, тангенциальная и результирующая скорость шарика

На рис. 2.17 представлен пример закрепления вращающегося образца.

Нанокристаллизации подвергалась поверхность нержавеющей стали марки 316L с химическим составом, мас. %: С — 0,024; Cr — 16,78; Ni — 10,30; Mo — 1,92; Mn — 1,19; S — 0,004; P — 0,03; Si — 0,45; Co — 0,17; Cu — 0,06; Nb — 0,01; W — 0,02. Листы толщиной 2 мм сначала разрезали на пластины размером  $100 \times 60 \text{ мм}^2$  и отжигали в атмосфере азота при  $900^\circ\text{C}$  в течение 1 ч. Затем образцы закаливали для получения аустенитных рав-



носных зерен размером порядка 30 мкм, содержащих двойники отжига (рис. 2.18).



Рис. 2.17. Закрепление вращающегося образца при RASP-обработке

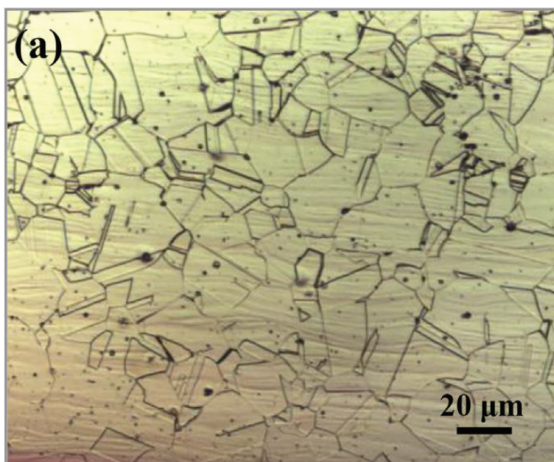


Рис. 2.18. Поперечное сечение образца из нержавеющей стали марки 316L

Отожженные образцы нержавеющей стали марки 316L были обработаны RASP-методом шариками из материала ШХ15 диаметром 2 мм. Средняя скорость шариков находилась в диапазоне 20...60 м/с при длительности обработки 5...20 мин. Во время RASP-обработки образцы вращали со скоростью 15 об/мин.

Результаты исследования нанокристаллов стали марки 316L показывают, что деформация двойникованием играет важную роль в формировании нанозерен. Однонаправленные параллельные механические двойники наблюдаются как преобладающая деформационная активность до глубины 200 мкм в любом зерне. При уменьшении глубины до порядка 100 мкм, двойные пересечения дислокаций происходят при более высокой скорости деформации, что вызывает деление крупных зерен на более мелкие блоки. В итоге нанозерна образуются через вращение и скольжение границ зерен по их поверхности. При этом деформация двойникования по-прежнему действует как механизм оперативного измельчения крупных зерен в нанозерна.

Важно отметить, что прочность обработанной нержавеющей стали марки 316L улучшается, а пластичность сохраняется. В результате измельчения зерна получено улучшение прочности, высокая плотность дислокаций, наличие деформационных двойников и мартенситной фазы, индуцированной деформацией. Хорошую пластичность можно отнести за счет наличия слегка деформированных крупных зерен, ультратонких двойников и деформационного градиента.

Распределение микротвердости по глубине поверхностного слоя стали марки 316L и меди после обработки RASP показано на рис. 2.19.

Для повышения эффективности нанокристаллизации и повышения твердости поверхностных слоев материалов развивается технология SNH (*SNH — surface nanocrystallization and hardening*) [10, 11].

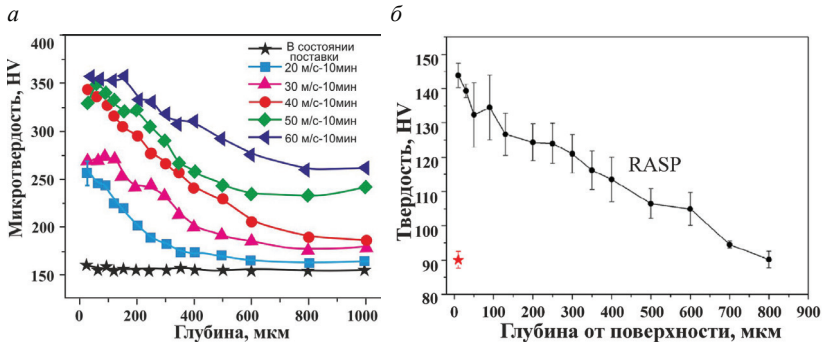


Рис. 2.19. Распределение микротвердости по глубине поверхностного слоя стали марки 316L (а) и меди (б) после обработки RASP

Образец загружается в цилиндрический контейнер, шарики в котором вибрируют в трехмерном пространстве. Диаметр шариков больше, чем при SMAT- и RASP-обработке. Схема движения и больший размер шариков обеспечивают большую кинетическую энергию воздействия на материал. На рис. 2.20 приведены результаты исследований твердости HV и усталостной выносливости образцов после SNH-обработки [12].

Кинетическая энергия шаров зависит от их размера и скорости. В табл. 2.1 приведены параметры ударно-фрикционных технологических процессов формирования наноструктурного состояния поверхностного слоя и значения кинетической энергии шаров при дробеструйной обработке (Shot peening) и по технологии USP, SMAT, SNH и RASP.

В обычной дробеструйной обработке скорость шаров может достигать  $150 \text{ м}\cdot\text{с}^{-1}$ . Однако при этом шары с большим размером могут обладать в 100 раз большей энергией удара, что и позволяет при использовании RASP измельчать зерна до меньшего размера и на гораздо большей глубине, чем при упрочнении с применением других технологий.

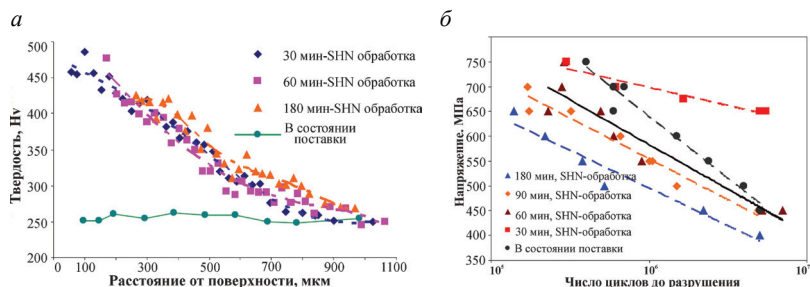


Рис. 2.20. Изменение твердости HV по глубине поверхностного слоя (а) и усталостное поведение образцов суперсплава Ni (б) после SNH-обработки

Таблица 2.1

**Параметры ударно-фрикционных технологических процессов формирования наноструктурного состояния поверхностного слоя**

Технология наноструктурирования	Диаметр шаров или дробы, мм	Скорость удара, м·с <sup>-1</sup>	Плотность шаров, г·см <sup>-3</sup>	Кинетическая энергия шаров, Дж
Shot Peening	0,25...1	20...150	7,74	3,2·10 <sup>-5</sup>
USP	3...7,5	<20	7,98	0,06...0,9
SMAT	3...8	2...5	7,98	6·10 <sup>-4</sup>
SNH	5...7,9	5	14,5	0,03...0,12
RASP	1...8	5...80	7,8	1,3·10 <sup>-4</sup>

Толщина градиентного слоя при RASP-обработке меди достигает 800 мкм. Из табл. 2.1 также видно, что кинетическая энергия шаров при RASP может варьироваться в гораздо более широком диапазоне, чем при других методах. Это имеет первостепенное значение, потому что металлы с различной твердостью могут потребовать различную ударную кинетическую энергию для получения оптимальной градиентной структуры и допустимой шероховатости поверхности.

Технология RASP может применяться в крупномасштабной промышленной обработке и в связи с тем, что имеет более

высокий КПД. Относительно большие энергетические потери при SMAT- и SNH-обработках вызваны столкновениями между шариками и стенками камеры.

### *Контрольные вопросы*

1. Приведите возможные схемы установок для SMAT-обработки.
2. Каковы основные технологические параметры SMAT-обработки при наноструктурировании поверхностных слоев?
3. Какие существуют ограничения в применении SMAT-обработки при наноструктурировании поверхности?
4. Каковы основные механизмы при наноструктурировании поверхностного слоя материала с высокой и низкой энергией дефектов упаковки (SFE) при SMAT-обработке?
5. Какие существуют структурно-фазовые превращения в наноструктурированных материалах при SMAT-обработке (на примере стали марки AISI 304)?
6. Назовите основные технологические параметры RASP наноструктурирующей обработки поверхностей, а также перспективы ее применения.
7. Назовите основные технологические параметры SNH-обработки поверхностей.
8. Сравните технологии наноструктурирования ударно-фрикционными методами по различным критериям.

### *Список библиографических ссылок*

1. An investigation of surface nanocrystallization mechanism in Fe induced by surface mechanical attrition treatment / N. R. Tao [et al.] // Acta Materialia. — 50 (2002). — P. 4603–4616.

2. Kuhlmann-Wilsdorf, D., Van der Merwe, J. H. Theory of dislocation cell sized in deformed metals // Mater. Sci. Eng. — 55 (1982). — P. 79–83.
3. Бриджмен, П. В. Исследование больших пластических деформаций и разрыва. — М. : ИЛ, 1955. — 444 с.
4. Van Swygenhoven, H., Farkeas, D., Caro A. Grain-boundary structures in polycrystalline metals at the nanoscale // Phys. Rev. B. — 2000. — Vol. 62 (2). — P. 831–838.
5. Aliofkhazraei, M. Handbook of Mechanical Nanostructuring. — Singapore : Wiley-VCH, 2016. 416 p.
6. Hansen, N. New discoveries in deformed metals // Metall. Mater. Trans. — 32A (2001). — P. 2917–2935.
7. Surface nanocrystallization by surface mechanical attrition treatment and its effect on structure and properties of plasma nitride AISI 321 stainless steel / Y. Lin [et al.] // Acta Mater. — 54 (2006). — P. 5599–5605.
8. Microstructures and Mechanical Properties of a Gradient Nanostructured 316L Stainless Steel Processed by Rotationally Accelerated Shot Peening / Y. S. Li [et al.] // Advanced Engineering Materials. — 20 (2018). — 10 p.
9. Gradient Structured Copper by Rotationally Accelerated Shot Peening / X. Wang [et al.] // J. of Materials Science & Technology. — 33 (2017). — P. 758–761.
10. Dai, K., Villegas, J., Shaw, L. An analytical model of the surface roughness of an aluminum alloy treated with a surface nanocrystallization and hardening process // Scr. Mater. — 52 (2005). — P. 259–263.
11. A study of the effect of nanostructured surface layers on the fatigue behaviors of a C-2000 superalloy / J. W. Tian [et al.] // Materials Science and Engineering: A. — 164 (2007). — P. 468–470.
12. Fard, S. B., Guagliano, M. Effects of surface nanocrystallization induced by shot peening on material properties: a Review // Frattura ed Integrita Strutturale. — 7 (2009). — P. 3–16.

---

## ГЛАВА 3. Наноструктурирующее выглаживание поверхностных слоев конструкционных материалов

---

### *3.1. Схема, параметры управления и кинематика наноструктурирующего выглаживания при нанокристаллизации цилиндрической и плоских поверхностей*

Формирование нанокристаллической структуры в поверхностном слое металлов при интенсивной пластической деформации сдвига, индуцированной трением скольжения, исследовалось учеными уральской школы металлослов Л. Г. Коршуновым, А. В. Макаровым [1]. Теоретическая и практическая реализация нанокристаллизации поверхностей стальных деталей скользящим индентором на станках с ЧПУ научно обоснована в работах В. П. Кузнецова и названа наноструктурирующим выглаживанием [2].

Наноструктурирующее выглаживание сферическим или цилиндрическим индентором обеспечивает одновременно формирование и сглаживание исходного профиля поверхности до микро- и нанорельефа.

Воздействие на поверхностный слой зависит от нормальной силы  $F_b$ , скорости скольжения  $v_b$  и подачи  $f_b$ , а также от количества рабочих ходов  $n_p$  и параметров рабочей части инструмента.

Наноструктурирующее выглаживание исходной поверхности со среднеарифметическим отклонением профиля  $Ra_0$  после чи-

стового точения или фрезерования управляется в зависимости от шести технологических параметров: нормальной силы выглаживания  $F_b$ , подачи  $f_b$ , скорости скольжения  $v_b$ , радиуса индентора  $R$ , коэффициента трения  $\mu$  и количества рабочих ходов индентора инструмента  $n_p$  (рис. 3.1). Каждый из перечисленных параметров оказывает существенное влияние на параметры пластической деформации материала и свойства поверхностного слоя.

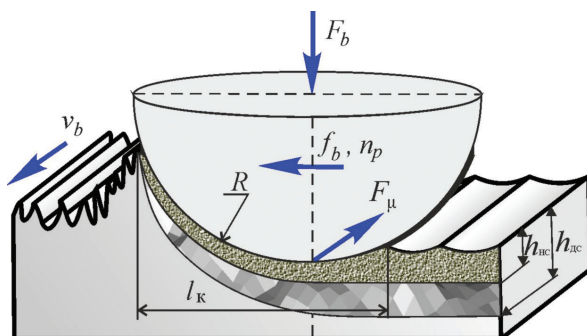


Рис. 3.1. Схема наноструктурирующего выглаживания с технологическими параметрами процесса

Для развития интенсивной пластической деформации сдвига и управления формированием нанокристаллической структуры В. П. Кузнецовым [2, 3] были выделены интегральные параметры нагружения материала поверхностного слоя: контактное давление  $P_k$ , кратность нагружения элементарных объемов материала  $N_c$  и сила трения  $F_\mu$ . Контактное давление определяется как отношение силы выглаживания  $F_b$  к площади пятна контакта индентора инструмента  $S_k$ . При выглаживании сферическим индентором, пятно контакта имеет практически круглый отпечаток; контактное давление может быть вычислено по формуле

$$P_k = \frac{F_b}{S_k} = \frac{4F_b}{\pi l_k^2},$$

где  $l_k$  — ширина контактной дорожки (диаметр пятна контакта).



Количество воздействий индентора на элементарный объем материала за один рабочий ход инструмента при его перемещении на длину пятна контакта определяется в соответствии с зависимостью

$$n_c = \frac{l_k}{f_b} = \frac{2\sqrt{R^2 - (R - h_{\text{BH}})^2}}{f_b}, \quad (3.1)$$

где  $h_{\text{BH}}$  — глубина внедрения индентора.

При  $n_p$  рабочих ходах инструмента, интегральный параметр кратности нагружения составляет

$$N_c = n_p n_c.$$

Сила трения индентора в контакте с деформируемым материалом

$$F_\mu = \mu F_b.$$

Интегральные параметры нагружения и скорость скольжения индентора  $v_b$  рассматриваются в качестве входных параметров управления температурно-скоростным режимом деформации с отводом фрикционного тепла  $\varphi_\mu$  из контактной зоны в инструмент (рис. 3.2).

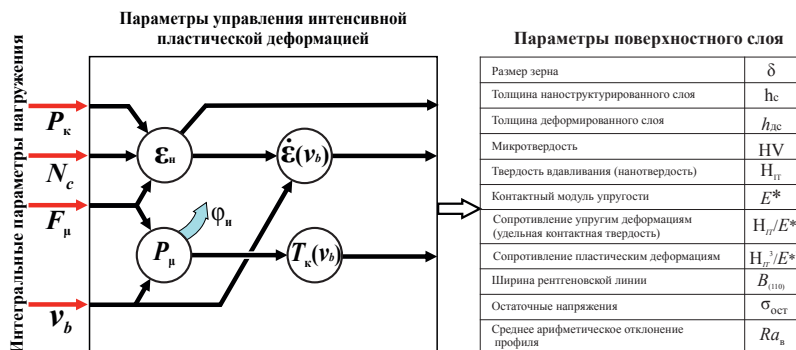


Рис. 3.2. Схема управления температурно-скоростным режимом пластической деформации материала при наноструктурирующем выглаживании с теплоотводом в инструмент

Степень и скорость пластической деформации сдвига материала определяются в зависимости от контактного давления  $P_k$ , кратности нагружения элементарных объемов  $N_c$  и величины приложенной силы трения  $F_\mu$ . Скорость деформации сдвига материала  $\dot{\epsilon}$  при фрикционном контакте сферического индентора может быть установлена методом конечно-элементного моделирования [4] или экспериментально. Скорость деформации зависит от скорости скольжения индентора  $v_b$  и температуры в контактной зоне инструмента  $T_k$ . Температура в контактной зоне индентора  $T_k$  зависит от мощности фрикционного тепловыделения  $P_\mu$  и теплового потока, отводимого в инструмент  $\phi_\mu$ . Установление мощности тепловыделения возможно на основе оценки работы сил трения по следующей зависимости:

$$P_\mu = F_\mu v_b.$$

Группа выходных параметров качества наноструктурированного поверхностного слоя характеризует структурные и физико-механические свойства, а также формируемый субмикроскопический и нанопрофиль.

Согласно общепринятой терминологии в области индустрии наноматериалов [5], необходимым условием наноструктурирования является формирование нанокристаллитов средним размером  $\delta_{nc} < 100$  нм, которые могут быть выявлены методом просвечивающей электронной микроскопии. Общепринятым косвенным показателем качества наноструктурирования поверхностного слоя низкоуглеродистых конструкционных сталей является интегральная ширина рентгеновской линии  $V_{(110)\alpha}$ , которая определяет степень тетрагональности мартенсита, а также величину плотности дислокаций и микроискажений.

Размеры дефектности структуры в виде субмикропор, сопутствующих интенсивной пластической деформации сдвига, а также толщину наноструктурированного слоя  $h_{nc}$  можно установить методом сканирующей электронной микроскопии.

Изменение размеров структурных элементов поверхностного слоя до наноуровня влечет за собой существенное изменение

его физико-механических и эксплуатационных свойств. Определение физико-механических свойств тонких поверхностных слоев, пленок, объемных нанокристаллических материалов и нанопорошков возможно на основе метода кинетического индентирования, имеющего статус количественного, инструментального и метрологического обеспечения нанотехнологий.

Для оценки физико-механических свойств наноструктурированного поверхностного слоя, в качестве основных параметров приняты максимальная твердость вдавливания  $H_{IT}$  и удельная контактная твердость, определяемая по отношению  $H_{IT}$  к контактному модулю упругости  $E^*$ . Удельная контактная твердость характеризует способность материала сопротивляться изменению формы и размеров в процессе деформации. Этот показатель может быть применен также для характеристики сопротивления наноструктурированного поверхностного слоя износу при трении. В работе [6] показано, что для мелкокристаллических и наноматериалов удельная контактная твердость  $H_{IT}/E^*$  изменяется в пределах 0,05...0,09. В качестве количественной сравнительной характеристики сопротивления тонкого поверхностного слоя пластической деформации может использоваться отношение  $H_{IT}^3/E^*$ .

Важнейшими параметрами физико-механических свойств упрочненного поверхностного слоя, которые могут быть исследованы по его толщине  $h_{сл}$ , являются микротвердость HV и уровень сжимающих остаточных напряжений  $\sigma_{ост}$ .

Одной из основных геометрических характеристик, определяющих качество поверхностного слоя и оказывающих влияние на эксплуатационные свойства изделия, является шероховатость. Для оценки шероховатости наноструктурированного слоя приняты наиболее универсальные параметры: среднее арифметическое отклонение профиля  $Ra_v$  и поверхности  $Sa_v$ .

Обеспечение условий наноструктурирования цилиндрических и плоских поверхностей скользящим индентором осуществляется с помощью комбинации способов нагружения материала и кинематики взаимного движения инструмента и изделия. При

наноструктурировании цилиндрической поверхности возможно одно- и двунаправленное вращение изделия с частотой оборотов  $n$  (рис. 3.3, *а, б*). При изменении направления вращения и рабочих ходов обеспечивается взаимное пересечение дислокаций и полос сдвига в деформируемом материале. Однако при этом может существенно измениться характер трения и ротационно-сдвиговый механизм деформации. Для каждого наноструктурируемого материала необходимо с помощью методов экспериментальных исследований и моделирования устанавливать оптимальный режим кинематики движения инструмента и поверхности.

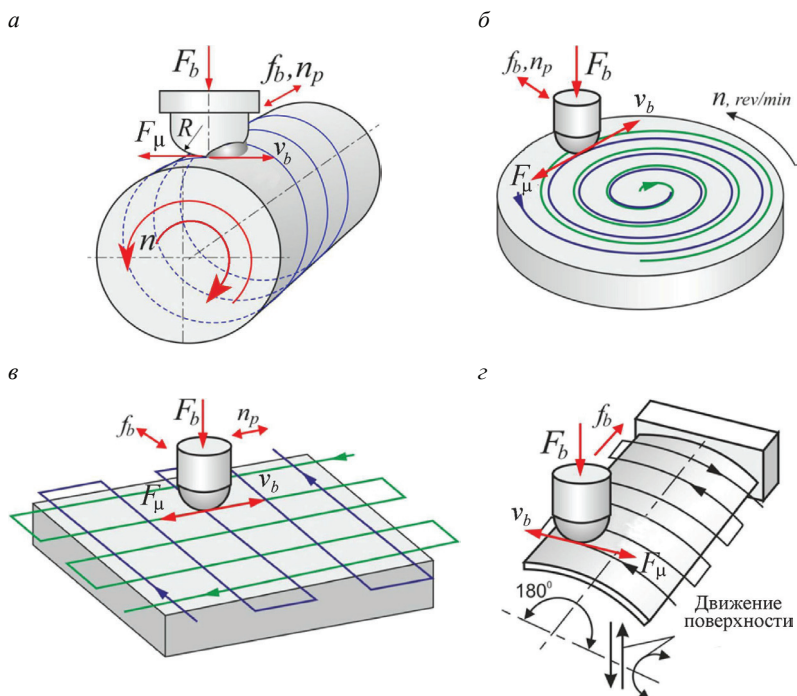


Рис. 3.3. Кинематика движения инструмента и поверхности при наноструктурирующей обработке скользящим индентором:

*а* — цилиндрическая поверхность; *б* — плоская поверхность вращения; *в* — двухмерная плоскость; *г* — трехмерная плоскость

Наноструктурирование 2D и 3D плоских поверхностей осуществляется невращающимся инструментом при неподвижной и перемещающейся поверхности с условиями обеспечения постоянства нормальной силы выглаживания  $F_b$  и глубины внедрения индентора. Важный параметр нагружения — кратность воздействий индентора при смещении относительно поверхности на величину пятна контакта — определяется в соответствии с траекторией движения.

Возможны последовательная и пересекающиеся траектории движения (см. рис. 3.3, в). Наноструктурирующая обработка 3D поверхности, например лопатки турбины, может быть выполнена на 5-координатном станке с качающимся столом (см. рис. 3.3, г).

### *3.2. Обоснование выбора материала рабочих элементов инденторов инструмента и определение коэффициента трения при наноструктурирующем выглаживании*

Для решения задач обоснования режимов фрикционно-силового нагружения поверхностного слоя конструкционных сталей при наноструктурирующем выглаживании, ключевым вопросом является выбор инструментального материала индентора инструмента. В основу выбора инструментальных материалов рабочих элементов (наконечников) индентора и определения коэффициента трения при пластическом деформировании низкоуглеродистых и нержавеющей конструкционных сталей наноструктурирующим выглаживанием положен анализ их теплофизических и физико-механических свойств (табл. 3.1).

При повышении фрикционно-силовой и скоростной нагрузки, в паре «деформирующий индентор — поверхностный слой» определяющими свойствами инструментального материала являются теплопроводность  $\lambda$  и температуропроводность  $a$ .

Таблица 3.1

**Физико-механические и структурные свойства  
инструментальных материалов инденторов**

Материал	Теплопроводность $\lambda$ , Вт/(м·С°)	Температуропроводность $a \cdot 10^{-5}$ , м <sup>2</sup> /с	Теплоемкость $C$ , Дж/(кг·С°)	Теплостойкость, С°	Твердость, ГПа
Природный алмаз	1000...2000	48...90	584	800	100
Синтетический алмаз	150...550	7...24	590	600...900	40...90
PCrM DBN (Dense Boron Nitride)	400...600	17...25,6	675	1300	95
Твердый сплав типа ВК6-ОМ и ВК8	60...80	2,7	170	1200	90,5
PCrM CBN (Cubic Boron Nitride)	40...135	1,7...5,8	670,4	1100...1250	30...45

Согласно данным табл. 3.1, в качестве сверхтвердых материалов, обеспечивающих высокие теплофизические свойства  $\lambda$  и  $a$  в условиях повышенного трения, выступают в первую очередь природные и синтетические алмазы, а также ультрамелко- и нанозернистые поликристаллические сверхтвердые материалы (ПСТМ).

При определении коэффициента трения и реальных условий фрикционно-силового нагружения поверхностного слоя в различных смазочно-охлаждающих средах прежде всего необходимо установить критерии и методику проведения исследований. Исходя из сущностного понятия наноструктурирующего выглаживания такими критериями могут являться параметры шероховатости и поврежденность поверхностного слоя после деформирования. Минимальный уровень силовой нагрузки индентора на поверхностный слой при исследованиях коэф-

коэффициента трения индентора устанавливается по условию переформирования исходного микропрофиля. Глубина внедрения индентора  $h_{\text{вн}}$  должна превышать наибольшую глубину впадины исходного микропрофиля  $R_v$ . Поврежденность поверхностного слоя может быть оценена качественно по наличию адгезионного схватывания и образованию микротрещин.

Деформационная составляющая коэффициента трения во многом определяется твердостью, структурным состоянием и уровнем микропрофиля поверхности. На величину адгезионной составляющей коэффициента трения определяющее влияние оказывает материал индентора и обрабатываемой детали (сила адгезионного взаимодействия контактирующей пары), наличие и вид смазочно-охлаждающей технологической среды (СОТС), формирование на стальной поверхности окислов, взаимный перенос материалов контактирующих тел в процессе наноструктурирующего выглаживания.

В литературе отсутствуют систематические сведения о коэффициентах трения инструментальных материалов инденторов выглаживающего инструмента со сферической заточкой при фрикционно-силовом нагружении в различных жидких и газовых средах коррозионно-стойких сталей мартенситного и аустенитного классов, а также цементованных низкоуглеродистых сталей в структурном состоянии  $\alpha$ -мартенсита, способствующем наноструктурированию поверхностного слоя.

В настоящем разделе приведены результаты экспериментального определения коэффициентов трения при пластическом деформировании поверхности цементованной стали марки 20X, коррозионно-стойкой стали мартенситного класса марки 20X13 и аустенитной нержавеющей стали марки 10X18H10T в различных структурных состояниях инденторами с полусферическими рабочими элементами из природного алмаза, синтетического алмаза АСПМ-3, поликристаллического сверхтвёрдого материала DBN и твёрдого сплава ВК8. Рабочие элементы инденторов имели сферическую заточку с радиусом  $R = 2$  мм.

В результате исследования на оптическом профилометре WYKO NT-1100 установлены основные параметры шероховатости поверхностей рабочей части инденторов после полирования. 3D топография рабочих поверхностей инденторов представлена на рис. 3.4.

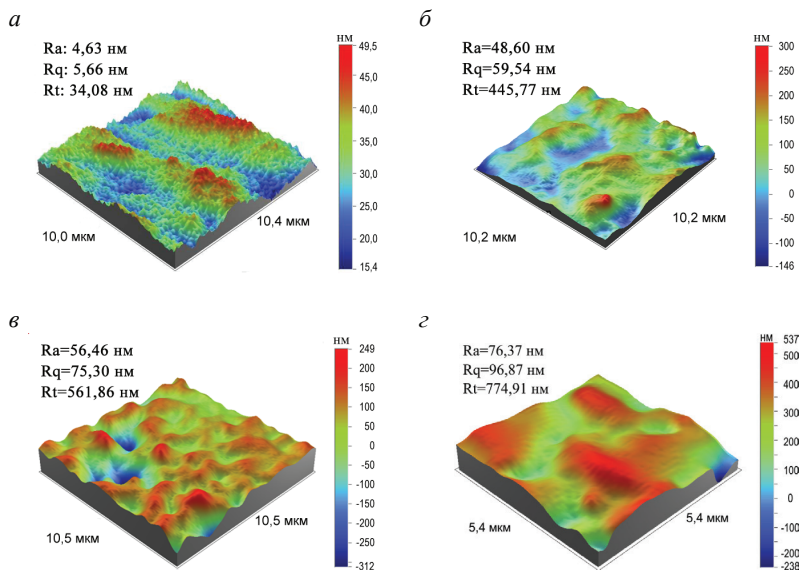


Рис. 3.4. Трехмерные изображения и параметры шероховатости участков поверхности сферических инденторов из природного алмаза (а), синтетического алмаза (б), ПСТМ на основе DBN (в) и твердого сплава ВК8 (г)

Из результатов исследований шероховатости рабочих поверхностей инденторов (табл. 3.2) следует, что минимальные значения параметров шероховатости рабочей части ( $Ra < 5$  нм) имеет индентор из природного алмаза. Наибольшая шероховатость наблюдается у рабочей части инденторов из твердого сплава ( $Ra = 45...80$  нм) и DBN ( $Ra = 45...58$  нм).



Таблица 3.2

**Среднее арифметическое отклонение  $Ra$ , среднее квадратическое отклонение  $Rq$  и наибольшая высота  $Rt$  профиля рабочей поверхности инденторов**

Материал инденторов	$Ra$ , нм	$Rq$ , нм	$Rt$ , нм
Алмаз природный	4...5	5...6	28...34
Алмаз синтетический	28...68	33...80	191...455
ПСТМ DBN	45...58	60...76	389...562
Твердый сплав ВК8	45...80	65...100	414...780

Фрикционно-силовое нагружение в паре трения при физическом моделировании процесса проводилось на лабораторной установке знакопеременного движения Института машиноведения УрО РАН по схеме «палец — пластина» при возвратно-поступательном скольжении (без поперечного смещения) полусферического индентора по плоской поверхности дисков или прямоугольных пластин из коррозионно-стойких и цементованной конструкционных сталей. Испытания проводились при комнатной температуре в различных смазочно-охлаждающих технологических средах: на воздухе, в безокислительной среде инертного газа аргона и смазочно-охлаждающей жидкости Rhenus (Rhenus Lub GmbH & Co KG). В процессе испытаний осуществлялась непрерывная регистрация силы трения  $F_{\mu}$ , которая измерялась с помощью упругого элемента — рессоры (кольца) с наклеенными на него тензометрическими датчиками сопротивления (рис. 3.5). Тарировка рессоры производилась с использованием поверенных грузов (рис. 3.6).

Регистрация сигнала с тензодатчиков и обработка результатов производилась на компьютере с использованием специального программного обеспечения. Коэффициент трения  $\mu$  рассчитывался по формуле  $\mu = F_{\mu} / F$ , где  $F_{\mu}$  — сила трения;  $F$  — нормальная нагрузка.

Определение коэффициентов трения инденторов при физическом моделировании наноструктурирующего выглаживания поверхностного слоя цементованной стали марки 20Х промыш-

ленной выплавки, содержащей, кроме железа, мас. %: 0,21 С; 0,84 Cr; 0,08 Ni; 0,57 Mn; 0,27 Si; 0,18 Cu; 0,017 P; 0,019 S, — проводилось на образцах в виде дисков диаметром 80 мм и толщиной 12 мм. Образцы подвергались газовой цементации (на глубине 0,1 мм от поверхности концентрация углерода составляла 0,95 %). Цементованные образцы после закалки от 830 °С в масле подвергались низкотемпературному отпуску, обеспечившему твердость HRC 55...60.



Рис. 3.5. Упругий элемент (кольцо) с тензометрическими датчиками сопротивления



Рис. 3.6. Тарировка рессоры с использованием поверенных грузов

Перед проведением трибологических экспериментов, с поверхности цементованных и термообработанных дисков удалялся слой толщиной 0,1 мм чистовым точением на токарно-фрезерном центре и обеспечивалась шероховатость  $Ra \cong 0,34$  мкм. Фрикционно-силовое нагружение поверхности дисков из цементованной стали марки 20Х инденторами из различных материалов проводилось при нормальных нагрузках  $F = 200; 350; 500; 750$  и  $1000$  Н, средней скорости возвратно-поступательного перемещения индентора  $V = 0,035$  м/с, длине хода  $L = 20$  мм, количестве двойных ходов индентора 30. Скорость

перемещения индентора подбирались минимальной в соответствии с рекомендациями к назначению режимов обработки закаленных сталей выглаживанием [7] для обеспечения температурной устойчивости поверхностного слоя.

Результаты исследований коэффициента трения инденторов при физическом моделировании наноструктурирующего выглаживания (прил. 2, табл. П2.1) показывают, что инденторы с рабочим элементом из природного или синтетического алмаза характеризуются минимальным коэффициентом трения при испытании во всех использованных средах (жидкая среда Rhenus, воздух и аргон).

В отличие от инденторов с рабочими элементами из природного и синтетического алмазов, инденторы с рабочими элементами из ультрамелкозернистого нитрида бора DBN и твердого сплава ВК8 при пластическом деформировании поверхностного слоя цементованной стали имеют низкий коэффициент трения  $\mu = 0,09...0,13$  только в жидкой среде (Rhenus). При сухом трении на воздухе и в аргоне коэффициенты трения инденторов из ультрамелкозернистого нитрида бора и сплава ВК8 возрастают до  $\mu = 0,22...0,42$ .

Из приведенных данных следует, что в широком диапазоне нагрузок  $F = 200...1000$  Н природный и синтетический алмазы при трении в жидкой и газообразной среде, а также ультрамелкокристаллический нитрид бора DBN и твердый сплав ВК8 при испытаниях с СОЖ имеют коэффициенты трения в пределах  $\mu = 0,07...0,13$ . При этом, по мере увеличения нагрузки, коэффициент трения индентора из природного алмаза несколько возрастает от  $\mu = 0,07$  до  $\mu = 0,10$  при трении с СОЖ, практически не изменяется при трении на воздухе и изменяется немонотонно с максимумом  $\mu = 0,12$  при  $F = 500$  Н при трении в аргоне.

При испытаниях в среде СОЖ Rhenus, у инденторов из синтетического алмаза и нитрида бора DBN, с ростом нагрузки, коэффициент трения повышается от  $\mu = 0,07...0,09$  до  $\mu = 0,10...0,13$ . Напротив, в условиях фрикционного нагружения на возду-

хе и в аргоне, у инденторов из мелкокристаллического нитрида бора и сплава ВК8, с ростом нагрузки, наблюдается снижение коэффициентов трения от  $\mu = 0,35 \dots 0,36$  до  $\mu = 0,27 \dots 0,28$  и от  $\mu = 0,42$  до  $\mu = 0,22 \dots 0,32$  соответственно. При повышении нагрузок вплоть до  $F = 1000$  Н, при моделировании наноструктурирующего выглаживания без СОЖ, все инденторы не допускают развития на поверхности высокопрочной низкоотпущенной цементованной стали процессов адгезионного схватывания.

Анализ деформированных поверхностей показывает, что в условиях повышенной фрикционно-силовой нагрузки, при испытании инденторов из ультрамелкокристаллического нитрида бора и твердого сплава ВК8, на поверхности стали марки 20Х (HRC 55...60) могут появляться отдельные микротрещины (рис. 3.7 и 3.8).

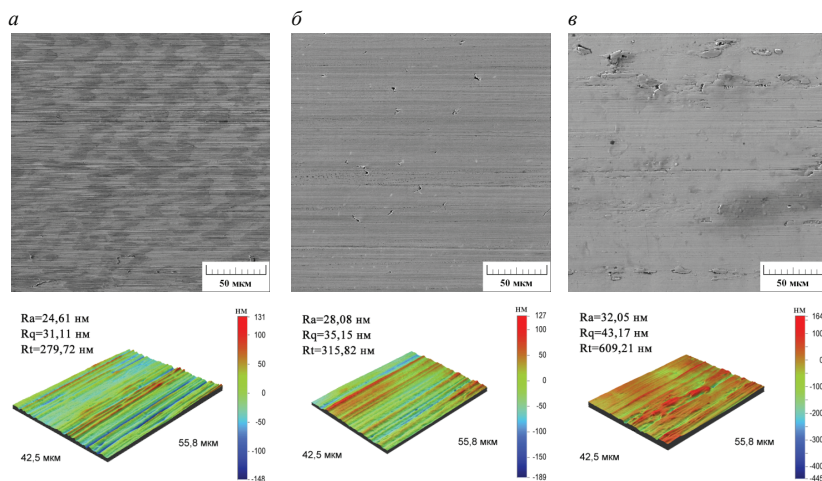


Рис. 3.7. Электронно-микроскопические изображения и трехмерные профилограммы поверхности стали марки 20Х (HRC 55...60) после деформирования инденторами с рабочим элементом из ультрамелкозернистого нитрида бора DBN:

*a* — воздух ( $F = 200$  Н,  $\mu = 0,38$ ); *б* — СОЖ ( $F = 200$  Н,  $\mu = 0,10$ );  
*в* — СОЖ ( $F = 500$  Н,  $\mu = 0,10$ )

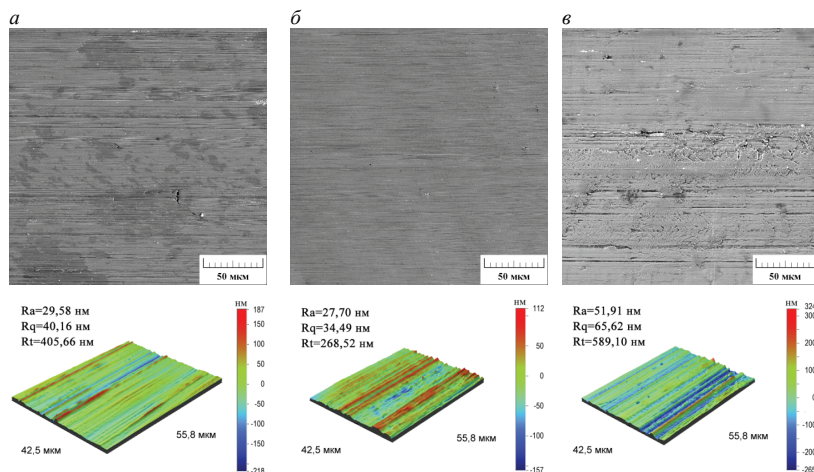


Рис. 3.8. Электронно-микроскопические изображения и трехмерные профилограммы поверхности стали марки 20X (HRC 55...60) после деформирования инденторами с рабочим элементом и твердого сплава ВК8:

*a* — воздух ( $F = 200$  Н,  $\mu = 0,42$ ); *б* — СОЖ ( $F = 200$  Н,  $\mu = 0,10$ );  
*в* — СОЖ ( $F = 750$  Н,  $\mu = 0,10$ )

По результатам данных испытаний, граничным условием применения рабочих элементов из ультрамелкокристаллического нитрида бора DBN в жидкой среде Rhenus является сила  $F = 500$  Н, в газообразной (воздух, аргон) — 200 Н. Для твердого сплава ВК8 при деформировании в жидкой среде граничное значение  $F = 750$  Н, в условиях сухого трения — менее 200 Н.

Определение коэффициентов трения инденторов при пластическом деформировании поверхностного слоя коррозионно-стойкой стали марки 20X13 промышленной выплавки, содержащей, кроме железа, мас. %: 0,22 С; 13,06 Cr; 0,17 Ni; 0,28 Mn; 0,30 Si; 0,057 Cu; 0,020 P; 0,008 S, — проводилось на образцах в виде дисков диаметром 75 мм и толщиной 10 мм. Образцы находились в двух структурных состояниях (высоко- и низко-

отпущенного мартенсита) и характеризовались соответственно двумя различными уровнями твердости:

- 1) НВ 270 (микротвердость  $HV_{0,025} = 300$ ) после закалки от  $1050^\circ\text{C}$  в масле и высокотемпературного отпуска при  $560^\circ\text{C}$ ;
- 2) НВ 460 (микротвердость  $HV_{0,025} = 520$ ) после закалки от  $1050^\circ\text{C}$  в масле и низкотемпературного отпуска при  $150^\circ\text{C}$ .

Перед проведением трибологических экспериментов, диски подвергались чистовому точению твердосплавной пластиной на токарно-фрезерном центре Multus B300 фирмы OKUMA (Япония) при скорости  $V_T = 100$  м/мин и подаче  $S_T = 0,1$  мм/об, что обеспечивало  $Ra_T = 1,1 \dots 1,3$  мкм.

Физическое моделирование наноструктурирующего выглаживания поверхностного слоя дисков из стали марки 20X13 инденторами из различных материалов проводилось в условиях испытаний при нормальной нагрузке  $F = 230$  Н, средней скорости возвратно-поступательного перемещения индентора  $V = 0,07$  м/с, длине хода  $L = 40$  мм, количестве двойных ходов индентора 30. Уровень нормальной нагрузки устанавливался на основе исследований передеформирования исходного микропрофиля [8].

В прил. 2 (табл. П2.2) приведены значения определенных коэффициентов трения инденторов из различных инструментальных материалов по диску из высокоотпущенной стали марки 20X13 (НВ 270). Из данных таблицы следует, что при испытаниях в жидкой среде (Rhenus) по минимальному коэффициенту трения  $\mu = 0,09$  характеризуется природный алмаз. При данных условиях дорожка трения представляет собой качественную выглаженную поверхность с минимальным количеством следов деформирования.

Инденторы из синтетического алмаза и ультрамелкокристаллического нитрида бора имеют более высокий коэффициент трения, до  $\mu = 0,12 \dots 0,13$ . На дорожках трения наблюдаются следы пластического оттеснения металла (рис. 3.9, а). На поверхности трения, сформированной индентором из ультрамелкокристаллического нитрида бора, наряду с участками передеформирования, дополнительно наблюдаются микротре-



щины, расположенные часто почти перпендикулярно дорожкам трения. При использовании инденторов из ультрамелкокристаллического нитрида бора DBN наблюдается интенсивное адгезионное схватывание, о чем свидетельствует наличие на поверхности стали глубоких вырывов и значительных наплывов металла (рис. 3.9, б), а также микротрещин перпендикулярно направлению трения (рис. 3.9, в).

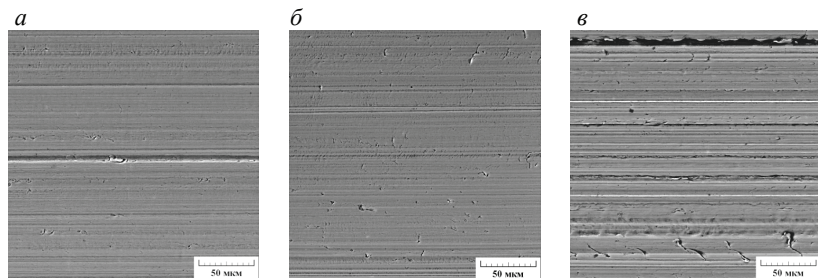


Рис. 3.9. Электронно-микроскопические изображения поверхности стали марки 20X13 (HB 270) после фрикционно-силового нагружения с СОЖ инденторами из инструментальных материалов:

*a* — АСПМ-3; *б* — DBN; *в* — BK8

Возникновение указанных микротрещин при нагружении индентором из нитрида бора происходит в результате многократного действия контактных нормальных и тангенциальных сил на поверхность стали. Такой характер разрушения является типичным для усталостного вида изнашивания (малоцикловая фрикционная усталость) [9, 10].

При трении на воздухе индентором из синтетического алмаза, коэффициент трения резко возрастает до  $\mu = 0,30$ , при этом выраженное адгезионное схватывание отсутствует, но на отдельных участках наблюдается локальное разрушение поверхности стали (рис. 3.10, а).

Исследование химического состава поверхности индентора из синтетического алмаза после деформирования поверхно-

сти стали марки 20X13 (HB 270) на воздухе показало наличие массопереноса материала деформируемого образца на поверхность индентора, что и приводит к возникновению на отдельных участках зоны фрикционного контакта одноименной пары трения «сталь — сталь» и соответствующему росту коэффициента трения до  $\mu = 0,30$ .

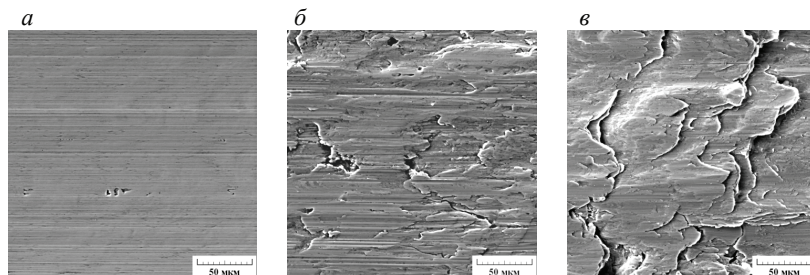


Рис. 3.10. Электронно-микроскопические изображения поверхности стали марки 20X13 (HB270) после фрикционно-силового нагружения на воздухе инденторами из инструментальных материалов:

*a* — АСПМ-3; *б* — DBN; *в* — BK8

При использовании инденторов из ультрамелкокристаллического нитрида бора DBN на воздухе наблюдается интенсивное адгезионное схватывание, о чем свидетельствует наличие на поверхности стали глубоких вырывов и значительных наплывов металла (см. рис. 3.10, *б*). Максимальная интенсивность адгезионного схватывания отмечена при трении на воздухе твердосплавным индентором (см. рис. 3.10, *в*), что исключает его применение для наноструктурирующего выглаживания стали марки 20X13 (HB 270).

Результаты исследования коэффициентов трения при фрикционно-силовом нагружении низкоотпущенной стали марки 20X13 (HB 460) приведены в прил. 2 (табл. П2.3). Результаты исследования химического состава поверхности инденторов после фрикционно-силового деформирования стали марки 20X13 (HB 270) приведены в прил. 3. Установлено, что интенсивное



адгезионное схватывание развивается только при деформировании низкоотпущенной стали марки 20X13 (HB 460) на воздухе индентором из сплава ВК8. Кроме того, при нормальной нагрузке на индентор  $F = 230$  Н происходит неполное сглаживание исходной шероховатости чистового точения, что также является граничным условием по критерию передеформирования исходного профиля микронеровностей.

Коэффициенты трения инденторов при моделировании nanoструктурирующего выглаживания аустенитной нержавеющей стали марки 10X18H10T исследовались применительно к промышленной выплавке, содержащей, мас. %, кроме Fe, 0,10 C; 17,72 Cr; 10,04 Ni; 0,63 Ti; 1,33 Mn; 0,57 Si; 0,227 Mo; 0,064; 0,014 Nb; 0,057 Cu; 0,031 P; 0,014 S. Образцы в виде пластин длиной 100 мм, шириной 36 мм и толщиной 10 мм подвергали закалке от 1050 °C в воде, шлифовке на абразивных шкурках и электролитической полировке в хлорно-уксусном электролите. Сталь имела аустенитную структуру с микротвердостью  $HV_{0,025} = 215$ .

Фрикционно-силовое нагружение поверхности пластин из стали марки 10X18H10T инденторами из различных материалов проводили при нормальных нагрузках  $F = 230; 340; 490; 735$  и  $980$  Н и средней скорости возвратно-поступательного перемещения индентора  $V = 0,05$  м/с. Из данных табл. П2.4 следует, что при фрикционно-силовом нагружении аустенитной нержавеющей стали индентором из природного алмаза, во всех трех использованных средах и в широком диапазоне нагрузок на индентор ( $F = 230 \dots 980$  Н) коэффициент трения принимает значения  $\mu = 0,07 \dots 0,09$ .

Коэффициент трения синтетического алмаза, по мере роста нормальной нагрузки от  $F = 230$  Н до  $F = 980$  Н, постепенно увеличивался при испытаниях в СОЖ от  $\mu = 0,08$  до  $\mu = 0,12$ , а при испытаниях на воздухе — от  $\mu = 0,10$  до  $\mu = 0,16$ . При нагружении индентором из синтетического алмаза в безокислительной среде аргона, повышение нагрузки от  $F = 230$  Н до  $F = 490$  Н сопровождается ростом коэффициента трения от  $\mu = 0,11$

до  $\mu = 0,20$  и сохраняется на уровне  $\mu = 0,17...0,18$  при дальнейшем увеличении нагрузки до  $F = 735...980$  Н.

У индентора из ультрамелкокристаллического нитрида бора DBN низкий коэффициент трения  $\mu = 0,12$  отмечен только при трении в СОЖ с нагрузкой  $F = 230$  Н. Увеличение нагрузки до  $F = 340...735$  Н приводит к резкому росту коэффициента трения до  $\mu = 0,32...0,41$ , обусловленному развитием адгезионного схватывания, массопереносом стали марки 10Х18Н10Т на поверхность индентора и возникновением в зоне фрикционного контакта участков одноименной пары трения «аустенитная сталь — аустенитная сталь».

Рабочий элемент индентора из твердого сплава ВК8 характеризуется низким коэффициентом трения  $\mu = 0,11...0,12$  при трении в СОЖ лишь с нагрузками  $F = 230...490$  Н, а при нагрузках  $F = 735...980$  Н происходит переход к режиму адгезионного схватывания и соответствующий рост коэффициента трения до  $\mu = 0,53...0,54$ .

При нагружении аустенитной стали инденторами с рабочими элементами из мелкокристаллического нитрида бора DBN и сплава ВК8, в окислительной воздушной среде и безокислительной среде аргона наблюдаются высокие коэффициенты трения и развитие интенсивного адгезионного схватывания, что ограничивает их применение при наноструктурирующем выглаживании.

### 3.3. Определение кратности нагружения материала

Определение кратности нагружения материала  $n_c$  по формуле (3.1) за один рабочий ход инструмента по поверхности может быть выполнено экспериментально-расчетным методом для различных сил выглаживания и подачи.

Первоначально экспериментально необходимо установить взаимосвязь ширины контактной дорожки  $l_k$  при перемещении инструмента с заданным радиусом индентора  $R$  без подачи ( $f_b = 0$ ) и величины силы выглаживания  $l_k = f(F_b)$ . Ширина

контактной дорожки на плоском образце измеряется при помощи 3D профилометра.

Схема движения инструмента, параметры и пример 3D профилометрии контактной дорожки, образованной индентором с радиусом  $R = 2$  мм показаны на рис. 3.11. По профилограмме можно определить глубину отпечатка следа индентора  $h_{\text{отп}}$  и с учетом величины упругого восстановления поверхности вычислить реальную глубину внедрения  $h_{\text{вн}}$ .

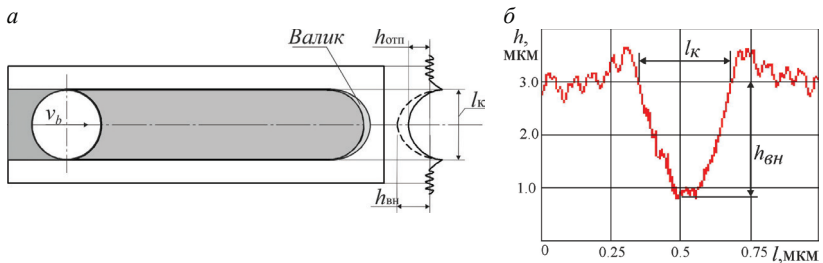


Рис. 3.11. Схема движения инструмента (а) и 3D профилометрия контактной дорожки (б)

Точная настройка величины силы выглаживания осуществляется с помощью специального динамометрического устройства (рис. 3.12).

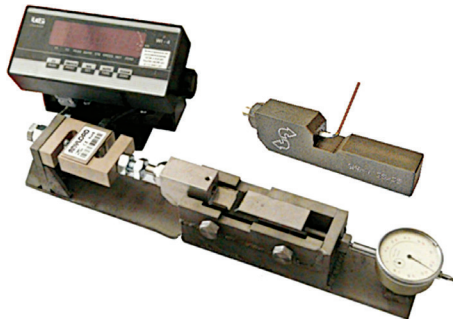


Рис. 3.12. Инструмент для наноструктурирующего выглаживания и динамометрическое устройство точного задания силы  $F_b$

Зависимость изменения величины  $l_k$  от силы выглаживания приведена на рис. 3.13 и в табл. 3.3.

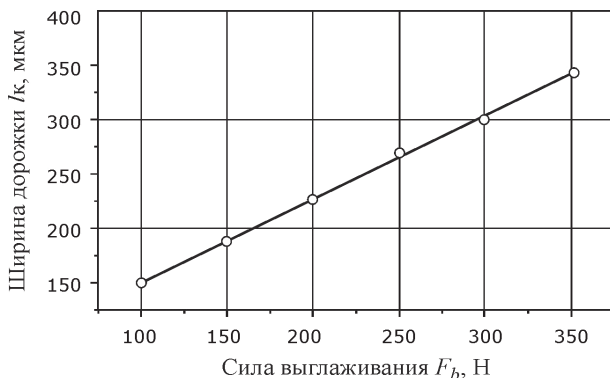


Рис. 3.13. Зависимость ширины контактной дорожки  $l_k$  от силы выглаживания  $F_b$

Таблица 3.3

**Зависимость кратности нагружения  $n_c$  поверхностного слоя стали марки 20X (HRC 55) от силы выглаживания  $F_b$  (радиус индентора  $R = 2$  мм)**

Сила выглаживания $F_b$ , Н	Ширина контактной дорожки $l_k$ , мм	Кратность фрикционно-силового нагружения поверхностного слоя $n_c$				
		$f_b = 0,01$ мм/об	$f_b = 0,025$ мм/об	$f_b = 0,04$ мм/об	$f_b = 0,06$ мм/об	$f_b = 0,08$ мм/об
100	0,15	15	6	3,75	2,5	1,88
150	0,189	18,9	7,56	4,73	3,15	2,36
200	0,229	22,9	9,16	5,73	3,82	2,86
250	0,261	26,1	10,44	6,53	4,35	3,26
300	0,299	29,9	11,96	7,48	4,98	3,74
350	0,399	33,9	13,56	8,48	5,65	4,24

Расчетные значения величины кратности нагружения  $n_c$  в табл. 3.3 определены по формуле (3.1). Однако глубина фактического внедрения индентора в материал может быть установлена на основе результатов измерения ширины контакт-

ной дорожки без учета упругого восстановления и вычислена по формуле [2]

$$h_{\text{BH}} \approx \frac{l_{\text{к}}^2}{8R}.$$

### 3.4. Определение влияния скорости скольжения индентора на степень, скорость пластической деформации и формирование микроструктуры

Для определения степени и скорости пластической деформации сдвига поверхностного слоя предложена экспериментально-расчетная методика. Она основана на измерении длины валика пластически оттесненного материала методом 3D профилометрии и глубины распространения деформации сдвига методом сканирующей микроскопии деформированного поверхностного слоя (рис. 3.14).

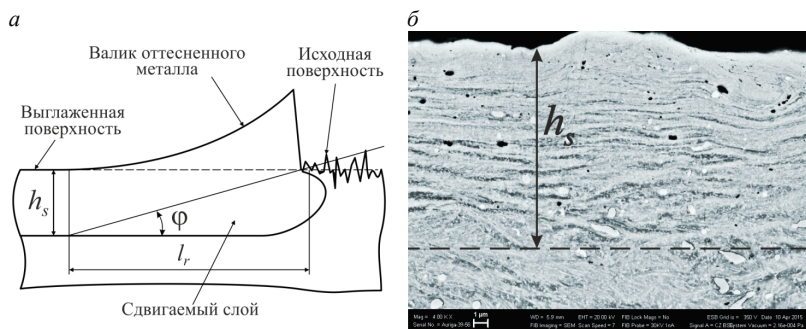


Рис. 3.14. Схема определения относительной деформации (а) и сканирующая микроскопия деформированного слоя (б)

Деформация сдвига материала  $\gamma$  может быть определена как тангенс угла сдвига или как отношение длины валика оттесненного металла  $l_r$  к толщине слоя  $h_s$

$$\gamma = \operatorname{tg} \varphi = l_r / h_s. \quad (3.2)$$

Истинная пластическая деформация сдвига вычисляется по следующей зависимости:

$$\varepsilon = \ln(1 + \gamma) = \ln \left( 1 + \frac{l_r}{h_s} \right). \quad (3.3)$$

По величине истинной деформации сдвига можно установить зависимость средней скорости пластической деформации от скорости скольжения индентора  $v_b$  и кратности нагружения элементарного объема материала  $n_c$ .

Длительность однократного воздействия индентора инструмента на элементарный объем материала определяется по отношению ширины контактной дорожки  $l_k$  к скорости скольжения  $v_b$

$$t_1 = l_k / v_b.$$

Величина  $l_k$  может быть определена при одиночном, без подачи, проходе индентора с заданной величиной силы выглаживания.

По мере подачи инструмента, индентор последовательно несколько раз воздействует на элементарный объем материала. Для учета количества таких воздействий введен интегральный параметр кратности нагружения  $n_c$ , который определяется по формуле (3.1).

Общее время деформирования материала от  $n_c$  воздействий индентора можно определить как

$$t_t = t_1 n_c = \frac{l_k n_c}{v_b}.$$

Таким образом, средняя скорость деформации сдвига при наноструктурирующем выглаживании поверхностного слоя может быть вычислена следующим образом:

$$\dot{\varepsilon} = \frac{\gamma}{t_t} = \frac{v_b \gamma}{l_k n_c}. \quad (3.4)$$

Определив при оптимальной скорости скольжения индентора  $v_c \cong 10$  м/мин величину накопленного валика оттесненного

металла  $l_{ra}$  и толщину сдвигаемого слоя  $h_{ss}$ , можно оценить степень накопленной деформации сдвига  $\varepsilon$ .

Для реализации данной методики предложена схема выглаживания кольцевых дорожек на плоском торце вращающегося образца с высокоточным остановом инструмента (рис. 3.15, а). Подобная кинематика движения инструмента обеспечивает формирование накопленного валика пластически оттесненного материала в конце дорожки (рис. 3.15, б).

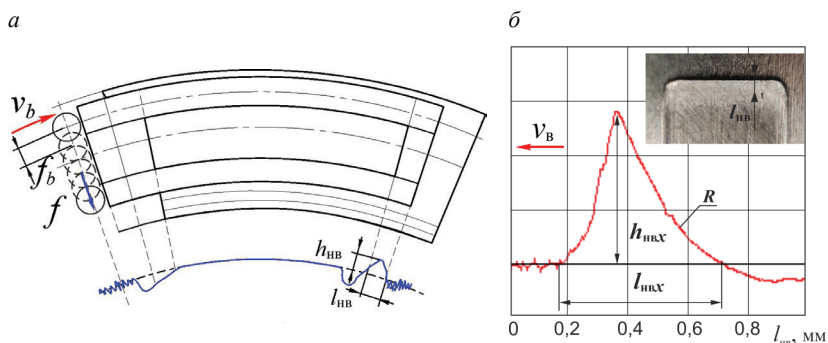


Рис. 3.15. Схема выглаживания дорожки с высокоточным остановом (а) для формирования накопленного валика пластически оттесненного материала (б)

Экспериментальное исследование выполнено при обработке образцов из стали марки 20Х13 индентором из поликристаллического синтетического алмаза (PCD) АСПМ-3 радиусом 2 мм с силой выглаживания  $F_b = 340$  Н. Дорожки шириной 10 мм и длиной 70 мм были обработаны с тремя различными подачами  $f_b = 0,06; 0,04$  и  $0,02$  мм/об при скоростях скольжения индентора  $v_b = 3, 6, 8, 11, 14, 20$  и  $26$  м/мин. При данных величинах подач, кратность нагружения равнялась соответственно  $n_c = 4,2; 6,3$  и  $12,6$ . Таким образом, в рамках полнофакторного эксперимента была обработана 21 дорожка с уникальным сочетанием параметров подачи  $f_b$  и скорости  $v_b$ . Обработка дорожек была произведена на обрабатывающем центре OKUMA MA600ВП.

Геометрические параметры валиков, сформированных на каждой дорожке, оценивались методом оптической 3D профилометрии с помощью профилометра WYCO NT1100. После этого из середины каждой дорожки был подготовлен поперечный шлиф, по которому методом растровой электронной микроскопии с помощью прибора Carl Zeiss AURIGA CrossBeam оценивалась толщина сдвигаемого слоя. Структурный анализ выполнен методом просвечивающей электронной микроскопии на приборе JEOL JEM 2100. Фольги отобраны с поверхности в середине каждой дорожки.

На основе результатов оптической 3D профилометрии и растровой электронной микроскопии (рис. 3.16) установлены искомые величины длины валика пластически оттесненного металла и толщины сдвигаемого слоя (табл. 3.4).

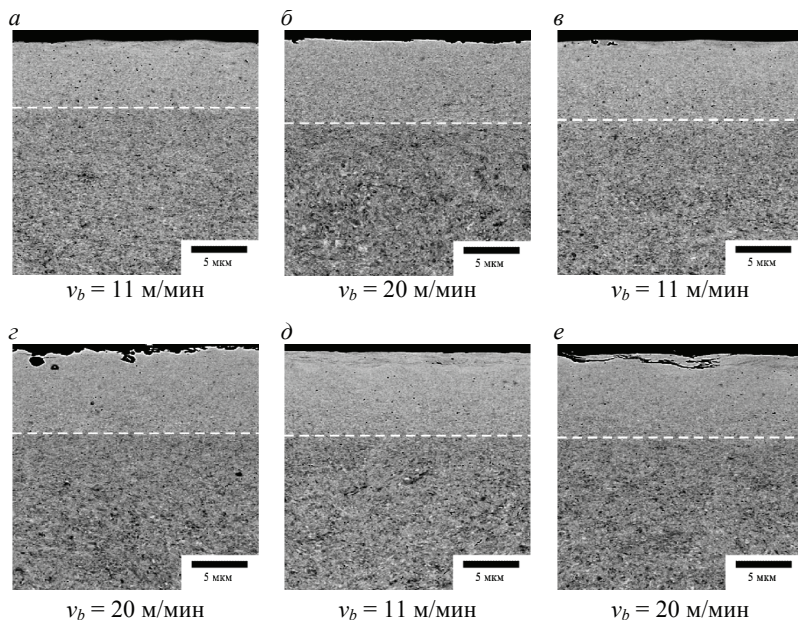


Рис. 3.16. Растровая электронная микроскопия поверхностного слоя на дорожках, выполненных при кратности нагружения 4,2 (*а, б*); 6,3 (*в, г*) и 12,5 (*д, е*)



Полученные результаты показывают, что с ростом скорости скольжения до 11 м/мин наблюдается увеличение длины накопленного валика и толщины сдвигаемого слоя вне зависимости от кратности нагружения. Однако дальнейшее повышение скорости приводит к обратному эффекту. При этом максимальная толщина сдвигаемого слоя практически не коррелирует с кратностью нагружения и находится в пределах 6,29...6,63 мкм. В то же время длина накопленного валика пластически оттесненного металла существенно увеличивается с ростом кратности нагружения от 272 при  $n_c = 4,2$  до 348 мкм при  $n_c = 12,5$ .

Таблица 3.4

## Результаты измерений

Скорость скольжения $v_b$ , м/мин	Длина валика $l_p$ , мкм	Толщина слоя $h_s$ , мкм	Длина валика $l_p$ , мкм	Толщина слоя $h_s$ , мкм	Длина валика $l_p$ , мкм	Толщина слоя $h_s$ , мкм
	$n_c = 4,2$		$n_c = 6,3$		$n_c = 12,5$	
3	40	5,1	48	3,24	81	3,66
6	78	5,1	42	5,54	59	5,22
8	229	5,75	183	5,58	174	5,65
11	272	6,29	277	6,47	348	6,63
14	204	6,35	202	6,42	227	5,87
20	179	5,99	165	5,76	205	5,7
26	175	6,04	169	6,08	201	6,01

Подставляя результаты измерений в формулы (3.2)–(3.4), получаем зависимости степени и скорости пластической деформации сдвига поверхностного слоя стали марки 20Х13 (рис. 3.17).

Максимальная степень деформации  $\varepsilon = 3,75...4$  обеспечивается при выглаживании со скоростью скольжения индентора 11 м/мин. При более низких скоростях скольжения, степень деформации существенно снижается. В то же время повышение скорости скольжения приводит к стабилизации степени деформации на уровне 3,4...3,6. Подобные результаты хоро-

шо согласуются с экспериментальными данными, полученными в работах [2, 3], где показана похожая корреляция скорости скольжения с микротвердостью наноструктурированного слоя. Кроме того, полученные значения степени деформации подтверждаются результатами математического моделирования, приведенными в работе [4]. Можно также сделать вывод, что сопоставимая по степени деформация поверхностного слоя с увеличением скорости скольжения может быть получена при существенно более высоких скоростях деформации.

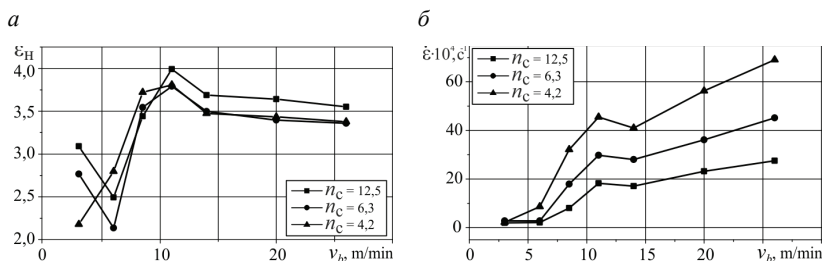


Рис. 3.17. Зависимость степени (а) и скорости (б) пластической деформации от скорости скольжения при выглаживании с подачами  $f_b = 0,02$  мм/об ( $n_c = 12,5$ );  $0,04$  мм/об ( $n_c = 6,3$ ) и  $0,06$  мм/об ( $n_c = 4,2$ )

Микроструктурный анализ фольг показал, что нанокристаллическая структура формируется с разной степенью дисперсности в зависимости от сочетания исследуемых параметров скорости скольжения и кратности нагружения. При этом прослеживается связь между дисперсностью формируемой структуры и степенью деформации материала поверхностного слоя. Так, при скорости скольжения 6 м/мин и степени деформации менее 2,8, вне зависимости от кратности нагружения формируется смешанная UFG- и нанокристаллическая структура (рис. 3.18, а, з, ж). При скорости 11 м/мин, когда степень деформации достигает 3,75...4, в поверхностном слое наблюдается однородная нанокристаллическая структура, о чем свиде-

тествует кольцевой вид интерферограмм (рис. 3.18, б, д, и). При повышении скорости до 20 м/мин, вследствие снижения степени деформации, дисперсность структуры существенно уменьшается (рис. 3.18, в, е, к).

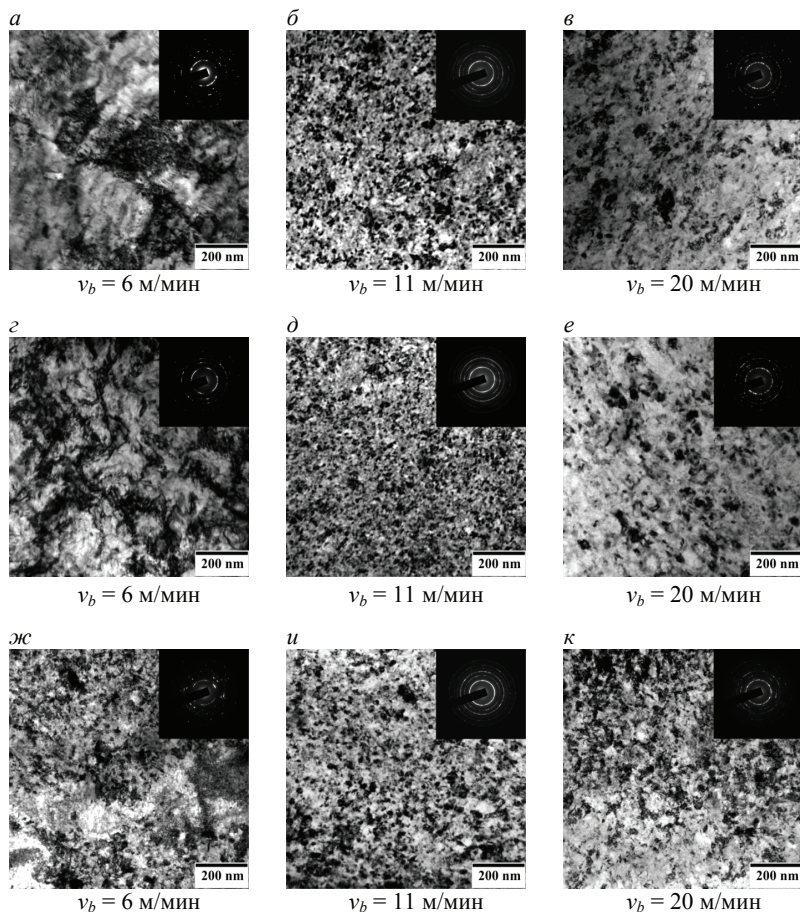


Рис. 3.18. Просвечивающая электронная микроскопия поверхностного слоя на дорожках, выполненных при кратности нагружения 4,2 (а–в); 6,3 (г–е) и 12,5 (ж–к)

Несмотря на существенные различия в степени и скорости деформации сдвига, каждое сочетание параметров кратности нагружения и скорости скольжения индентора в рамках проведенного исследования отвечает условиям формирования нанокристаллической структуры ( $\epsilon \geq 2$ ,  $\dot{\epsilon} \geq 10^2 \text{ c}^{-1}$ ). Проведенные исследования показали, что при наноструктурирующем выглаживании достигаются более высокие значения степени и скорости деформации. Это способствует повышению степени диспергирования зеренной структуры и обеспечивает формирование однородного наноструктурированного поверхностного слоя.

Стоит обозначить и тот факт, что предложенный метод позволяет определять только некоторые средние величины степени и скорости деформации в сдвигаемом слое. В действительности же на поверхности степень деформации должна быть существенно более высокой и постепенно снижаться, достигая нуля на границе сдвигаемого слоя. С точки зрения управления процессом наноструктурирования, большой научный интерес представляет знание распределения степени и скорости пластической деформации по глубине сдвигаемого слоя. Для его экспериментального определения необходимо дальнейшее совершенствование представленного метода.

### *3.5. Свойства поверхностного слоя после наноструктурирующего выглаживания*

Влияние наноструктурирующего выглаживания на эксплуатационные свойства поверхностных слоев конструкционных сталей марок 20X13, 20X и AISI 304 изучалось в условиях трения скольжения по стальным пластинам и абразивного изнашивания. Трибологические испытания (рис. 3.19) проводили на лабораторной установке знакопеременного движения образцов Института машиноведения УрО РАН (г. Екатеринбург).

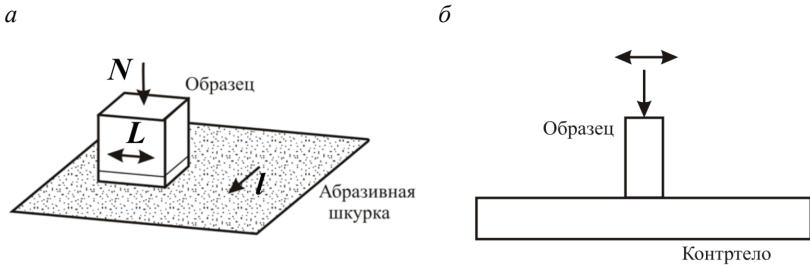


Рис. 3.19. Схемы трибологических испытаний материалов по закрепленному абразиву (а) и при трении скольжения по схеме «палец — пластина» (б)

Абразивную износостойкость поверхностей исследовали при испытании по закрепленному абразиву (рис. 3.19, а) двух видов: природному абразиву кремню (химический состав основы  $\text{SiO}_2$ ) твердостью порядка 10 ГПа и зернистостью порядка 200 мкм, а также искусственному абразиву электрокорунду (химический состав  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) твердостью порядка 20 ГПа и зернистостью порядка 160 мкм.

В процессе испытаний на абразивную износостойкость нормальная нагрузка  $N$  составляла 9,8 Н для стали марки 20Х13 (НВ 460) и  $N = 10,8$  Н для цементованной стали марки 20Х (HRC 55). Средняя скорость скольжения  $v = 0,175$  м/с. Путь трения при испытаниях стали марки 20Х13 составлял  $L = 1$  м, для цементованной стали марки 20Х  $L = 2$  м (по кремню) и  $L = 1$  м (по корунду). Длина рабочего хода  $l = 100$  мм, величина поперечного смещения шлифовальной шкурки за один двойной ход образца — 1,2 мм.

При испытаниях на трение скольжения стали марки 20Х13 определяли:

- 1) интенсивность изнашивания  $Ih = Q/\rho SL$ , где  $Q$  — потери массы образца, г;  $\rho$  — плотность материала образца, г/см<sup>3</sup>;  $S$  — геометрическая площадь контакта, см<sup>2</sup>;
- 2) коэффициент трения  $\mu = F/N$ , где  $F$  — сила трения, Н;

3) удельную работу абразивного изнашивания  $W$ , кДж/см<sup>3</sup>,

$$W = \frac{FL}{\Delta V_{\text{м}}},$$

где  $\Delta V_{\text{м}}$  — объемный износ материала, см<sup>3</sup>.

Трибологические свойства определялись по результатам двух-трех параллельных испытаний. Фрактографическое исследование поверхностей изнашивания после испытаний на трение скольжения по стальной пластине и продуктов абразивного изнашивания выполнялось на электронном сканирующем микроскопе высокого разрешения Tescan Mira 3 LMU с автоэмиссионным катодом Шоттки высокой яркости.

### **Трибологические свойства наноструктурированных поверхностных слоев конструкционной стали марки 20X13**

Наноструктурирующее выглаживание образцов из стали марки 20X13 промышленной выплавки, содержащей Fe, мас. %: 0,22 C; 13,06 Cr; 0,17 Ni; 0,28 Mn; 0,30 Si; 0,057 Cu; 0,020 P; 0,008 S, — проводилось на деталях типа «диск» диаметром 75 мм и толщиной 10 мм. После термической обработки (закалка 1050 °C и низкотемпературный отпуск при 150 °C продолжительностью 2 ч), обеспечивающей согласно [11] максимальный уровень износостойкости, полученные образцы имели твердость HB 460 и структуру низкоотпущенного пакетного (реечного) мартенсита.

Поверхностный слой образцов подвергался чистовому точению твердосплавной пластиной Sandvik (скорость  $v_t = 100$  м/мин, подача  $f_t = 0,1$  мм/об) на глубину 0,1 мм и далее, за один установ заготовки, наноструктурирующему выглаживанию. Наноструктурирующее выглаживание выполнялось типовым инструментом с рабочей частью индентора из синтетического алмаза АСПМ-3 со сферической заточкой радиусом  $R = 2$  мм при силах выглаживания  $F_b = 230$  Н и  $F_b = 350$  Н, подаче  $f_b = 0,04$  мм/об, скорости выглаживания  $v_b = 30$  м/мин, что соответствовало кратности фрикционно-силового нагружения  $N_c \cong 20$ .

Охлаждение осуществлялось при помощи COTC Rhenus, что обеспечивало коэффициент деформационного трения в зоне контакта индентора и обрабатываемого поверхностного слоя  $\mu \approx 0,11$ .

Среднее арифметическое отклонение профиля  $Ra$  поверхности образцов после точения составляло 0,8 мкм, после наноструктурирующего выглаживания  $Ra \leq 90$  нм.

Влияние наноструктурирующего выглаживания на трибологические свойства поверхностных слоев низкоотпущенной стали марки 20X13 изучалось в условиях абразивного изнашивания по закрепленному абразиву кремню и в условиях трения скольжения по пластине из стали марки 12X18Н10Т со смазкой (масло промышленное И-30) и водой.

В процессе испытаний на абразивную износостойкость, нормальная нагрузка  $N$  составляла 9,8 Н для стали марки 20X13. Средняя скорость скольжения  $v = 0,175$  м/с. Путь трения при испытаниях стали марки 20X13 составлял 1 м. Длина рабочего хода  $l = 100$  мм, величина поперечного смещения шлифовальной шкурки за один двойной ход образца — 1,2 мм.

Исследование на электронном сканирующем микроскопе Tescan Mira III LMU показало, что разрушение абразивом поверхности низкоотпущенной стали марки 20X13 (HB 460) в исходном (электрополированном) состоянии происходит по механизму микрорезания. Об этом свидетельствует вид поверхностей изнашивания с характерными следами микрорезания в виде острых борозд и отвалов металла с неровными краями (рис. 3.20, а).

При изнашивании поверхности стали марки 20X13 (HB 460) после обработки наноструктурирующим выглаживанием, на поверхности износа присутствуют ровные плоские полосы (рис. 3.20, б), характерные для другого механизма изнашивания — царапания (пластического оттеснения), при котором интенсивность отделения продуктов износа значительно ниже, чем при микрорезании.

Частичная смена основного механизма абразивного изнашивания в данном случае обусловлена увеличением твердости поверхностного слоя в процессе наноструктурирующего выглаживания



до HV 810. Таким образом, твердость поверхностного слоя после наноструктурирующего выглаживания лишь в 1,2 раза уступает твердости кремня, при этом не в полной мере выполняется условие микрорезания, согласно которому твердость абразива должна быть в 1,3...1,4 раза выше твердости испытываемого материала.

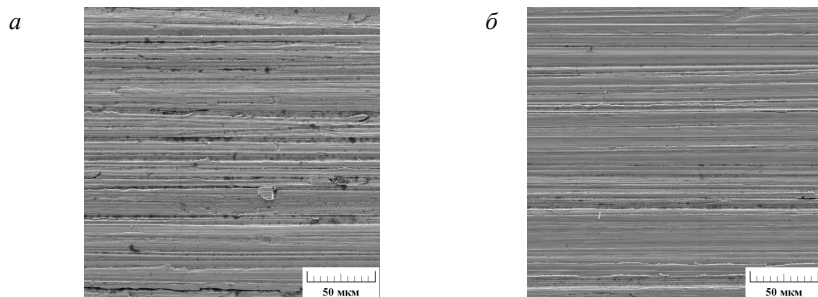


Рис. 3.20. Поверхности абразивного изнашивания после испытаний по кремню образцов из низкоотпущенной стали марки 20X13 в состоянии после электрополирования (а) и после наноструктурирующего выглаживания (б)

Результаты трибологических испытаний образцов из низкоотпущенной стали марки 20X13 на изнашивание по закрепленному абразиву кремню представлены в табл. 3.5.

Таблица 3.5

**Влияние термической обработки и наноструктурирующего выглаживания образцов из стали марки 20X13 (HB 460) на интенсивность изнашивания  $Ih$ , коэффициент трения  $\mu$  и удельную работу изнашивания  $W$  при испытании по закрепленному абразиву (кремню)**

Состояние образца	$N, H$	$Ih, 10^{-6}$	$\mu$	$W, \text{кДж/см}^3$
Исходное (эл. полирование)	588	3,2	0,62	67,3
Наностр. выглаживание		2,0	0,53	95,3

Из приведенных данных следует, что наноструктурирующее выглаживание приводит к увеличению абразивной износостойкости  $Ih$  в 1,6 раза по сравнению с исходным (электрополиро-



ванным) состоянием, что обусловлено ограничением процессов микрорезания за счет эффективного наноструктурирования поверхностного слоя.

Испытания образцов из стали марки 20Х13 по пластине из стали марки 12Х18Н10Т со смазкой (масло промышленное И-30) и в водопроводной воде проводили при нормальной нагрузке  $N = 78...588$  Н, средней скорости скольжения  $v = 0,07$  м/с, пути трения  $L = 120$  м, длине рабочего хода  $l = 30$  мм. Условия испытаний выбирались применительно к условиям работы узлов запорной арматуры. Результаты испытаний образцов из низкоотпущенной стали марки 20Х13 на трение скольжения по пластине из аустенитной нержавеющей стали марки 12Х18Н10Т приведены в табл. 3.6.

Данные табл. 3.6 свидетельствуют, что в условиях трения скольжения со смазкой по пластине из аустенитной нержавеющей стали марки 12Х18Н10Т наноструктурирующее выглаживание обеспечивает значительное (в 2,4 раза) снижение интенсивности изнашивания  $Ih$  по сравнению с исходным (электрополированным) состоянием поверхностного слоя.

Таблица 3.6

**Влияние термической обработки и наноструктурирующего выглаживания образцов из стали марки 20Х13 (НВ 460) на интенсивность изнашивания  $Ih$  при испытаниях на трение скольжения по пластине из стали марки 12Х18Н10Т**

Состояние образца	Трение скольжения со смазкой (масло И-30)			Трение скольжения с водой		
	$N$ , Н	$Ih$ , $10^{-8}$	$\mu$	$N$ , Н	$Ih$ , $10^{-8}$	$\mu$
Исходное (эл. полирование)	588	8,5	0,35	588	11,0	0,53
Наностр. выглаживание		3,5	0,33		7,9	0,57

Анализ поверхностей изнашивания (рис. 3.21) показывает, что наноструктурирующее выглаживание ограничивает процессы пластического оттеснения (передеформирования) поверхностных слоев под действием трения по пластине из стали марки 12Х18Н10Т в условиях смазки.

При исследовании изнашивания в условиях трения скольжения по пластине из стали марки 12X18H10T с водой установлено, что интенсивность износа поверхностного слоя стали марки 20X13 после обработки наноструктурирующим выглаживанием составляет  $Ih = 0$  при нагрузках  $N \leq 294$  Н. При  $N = 392$  интенсивность износа наноструктурированной поверхности  $Ih = 1,8 \cdot 10^{-9}$ , что в 30 раз меньше, чем интенсивность износа поверхности в исходном состоянии (после электрополирования). При  $N = 588$  Н интенсивность износа наноструктурированной поверхности  $Ih = 7,9 \cdot 10^{-8}$  в 3,1 раза меньше, чем интенсивность износа поверхности в исходном состоянии (после электрополирования).

Резкий рост износостойкости обусловлен переходом от адгезионного схватывания у исходной стали (рис. 3.22, а) к нормальному механо-химическому износу поверхностного слоя, обработанного наноструктурирующим выглаживанием (рис. 3.22, б). Сканирующая микроскопия показывает, что на поверхности трения стали, обработанной наноструктурирующим выглаживанием, отсутствуют выраженные следы схватывания и интенсивного передеформирования металла.

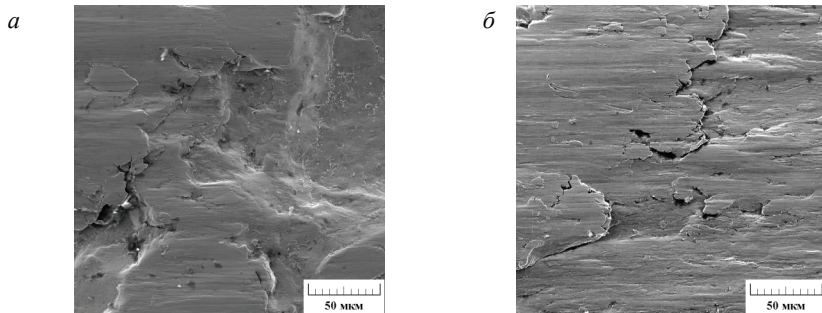


Рис. 3.21. Поверхности изнашивания образцов из низкоуглеродистой стали марки 20X13 в состоянии после электрополирования (а) и наноструктурирующего выглаживания (б) при испытаниях по стали марки 12X18H10T со смазкой

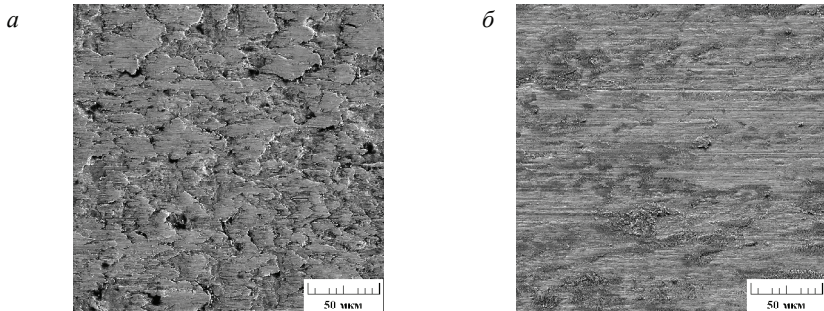


Рис. 3.22. Поверхности изнашивания образцов из стали марки 20Х13 (НВ 460) в состоянии после электрополирования (а) и наноструктурирующего выглаживания (б) при испытаниях по стали марки 12Х18Н10Т в воде с нагрузкой  $N = 392$  Н

В результате энергодисперсионного микрохимического анализа (рис. 3.23) выявлено формирование на поверхности трения вторичных структур. Участок 1 (рис. 3.23, б) содержит повышенную концентрацию кислорода (26,12 мас. %) и является, очевидно, окислом. Присутствие в рассматриваемой вторичной структуре натрия и хлора связано с переходом этих элементов из воды, в которой производились испытания на трение скольжения, а наличие никеля (6,51 мас. % Ni) и титана (0,29 мас. % Ti) обусловлено массопереносом данных элементов с поверхности контртела — пластины из аустенитной стали марки 12Х18Н10Т.

На участке 2 поверхности трения образца из стали марки 20Х13 (см. рис. 3.23, в) зафиксировано меньшее количество кислорода (3,89 мас. %) и повышенное содержание железа (77,43 мас. %), а также присутствие 2,57 мас. % никеля.

Известно [12], что вторичные структуры, обладая высокой прочностью, теплостойкостью и пониженной теплопроводностью, хорошо защищают поверхность основного мате-

риала от разрушения и способствуют развитию нормального изнашивания. Окисные пленки экранируют контактирующие поверхности и препятствуют их адгезионному взаимодействию [13].

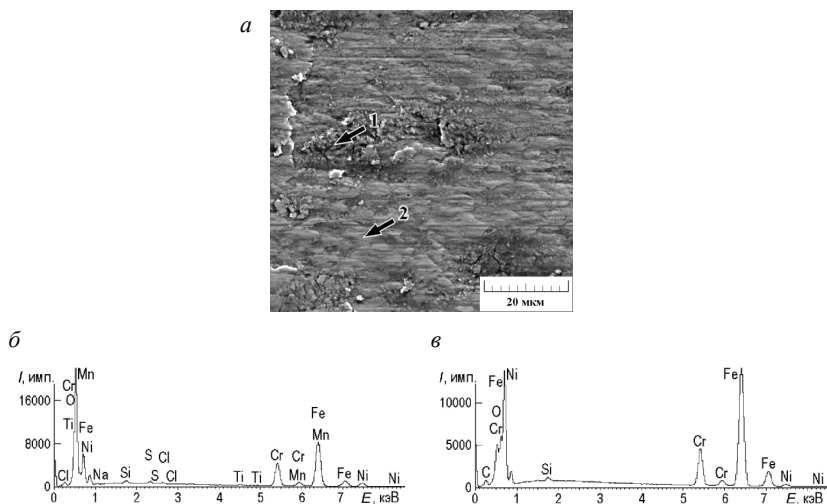


Рис. 3.23. Энергодисперсионные спектры поверхности изнашивания (а) в точках 1 (б) и 2 (в)

Таким образом, образование вторичных структур на поверхности трения можно считать одной из причин повышения износостойкости наноструктурированных образцов из стали марки 20Х13 (НВ 460) при трении по пластине из стали марки 12Х18Н10Т в воде.

Сравнительные диаграммы интенсивности износа наноструктурированного поверхностного слоя стали марки 20Х13 (НВ 460) в различных условиях испытаний приведены на рис. 3.24.

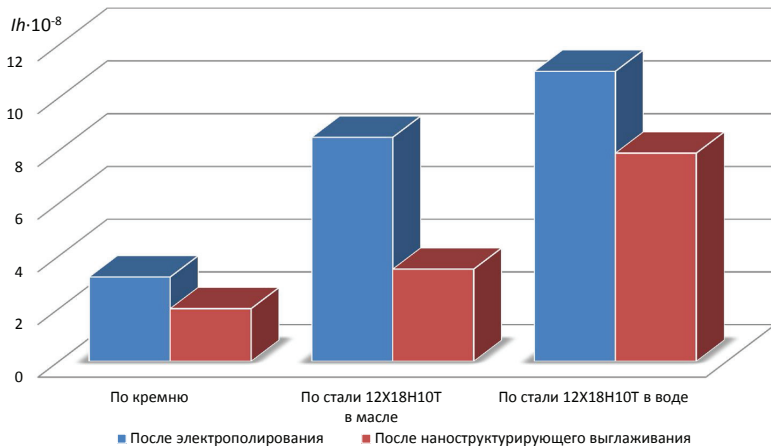


Рис. 3.24. Сравнительные диаграммы интенсивности износа  $I_h$  поверхностного слоя стали марки 20Х13 (НВ 460) в различных условиях испытаний

### Трибологические свойства, теплостойкость и усталостная выносливость наноструктурированных поверхностных слоев цементованной стали марки 20Х

Влияние наноструктурирующего выглаживания на эксплуатационные свойства поверхностных слоев цементованной низкоотпущенной конструкционной стали марки 20Х (HRC 55) изучалось в условиях абразивного изнашивания по закрепленному абразиву кремню и корунду, а также в условиях трения скольжения по пластине из стали марки 45 в окислительной (воздух) и безокислительной (аргон) средах.

В процессе испытаний на абразивную износостойкость нормальная нагрузка  $N$  составляла 10,8 Н, средняя скорость скольжения  $v = 0,175$  м/с. Путь трения  $L = 2$  м (по кремню) и  $L = 1$  м (по корунду). Длина рабочего хода  $l = 100$  мм, величина поперечного смещения шлифовальной шкурки за один двойной ход образца — 1,2 мм.

Испытания по пластине из стали марки 45 твердостью 50 HRC в окислительной (воздух) и безокислительной (аргон) средах проводили при нормальной нагрузке  $N = 294$  Н и средней скорости скольжения  $v = 0,07$  м/с. Путь трения  $L = 160$  м, длина рабочего хода  $l = 40$  мм.

Таблица 3.7

**Интенсивность изнашивания  $Ih$ , коэффициент трения  $\mu$  и удельная работа изнашивания  $W$  при испытании образцов из цементованной стали марки 20Х (HRC 55) по закреплённому абразиву и по пластине из стали марки 45**

Состояние образца	Испытания по закреплённому абразиву						Испытания по стальной пластине			
	Кремнь			Корунд			на воздухе		в аргоне	
	$Ih$ , $10^{-6}$	$\mu$	$W$ , кДж/см <sup>3</sup>	$Ih$ , $10^{-6}$	$\mu$	$W$ , кДж/см <sup>3</sup>	$Ih$ , $10^{-8}$	$\mu$	$Ih$ , $10^{-8}$	$\mu$
Исходное	3,3	0,40	43,0	5,2	0,58	40,1	8,1	0,62	24,0	0,49
Наноструктурирующее выравнивание	1,6	0,35	76,2	3,4	0,51	53,7	2,4	0,57	5,3	0,48

Из представленных результатов трибологических испытаний (табл. 3.7) следует, что наноструктурирующее выравнивание цементованной стали марки 20Х при теоретически обоснованных режимах приводит к снижению интенсивности изнашивания  $Ih$  по сравнению с исходным состоянием (после электрополирования) в 2 раза при испытании по кремню и в 1,5 раза при испытании по корунду, а также росту удельной работы абразивного изнашивания кремнем в 1,8 раза и корундом в 1,3 раза.

Наблюдаемый при испытаниях по корунду (по сравнению с испытаниями по кремню) повышенный уровень интенсивности изнашивания и меньшая разница в сопротивлении изнашиванию упрочненного и исходного состояния стали марки 20Х цементованной обусловлены высокой твердостью корунда порядка 20 ГПа, обеспечивающей и для исходного, и для

упрочненного состояний стали надежную реализацию механизма микрорезания.

При испытании по более мягкому абразиву кремню твердостью порядка 10 ГПа, изнашивание наноструктурированного поверхностного слоя с твердостью около 12 ГПа осуществляется по механизму микроцарапания (пластического оттеснения). Поверхности изнашивания и продукты износа стали марки 20Х цементованной в исходном (термоупрочненном) состоянии и после наноструктурирующего выглаживания представлены на рис. 3.25.

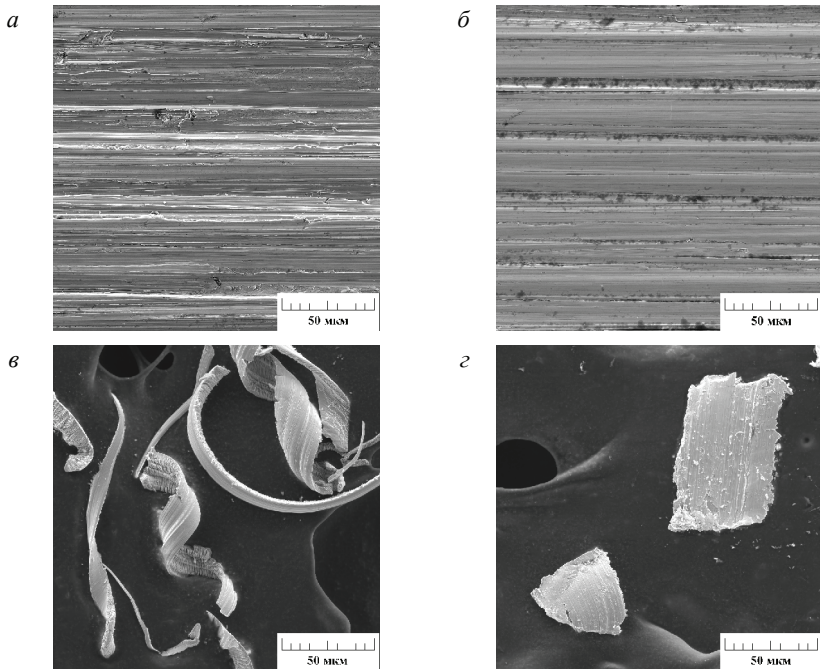


Рис. 3.25. Поверхности абразивного изнашивания (а, б) и продукты износа (в, г) после испытаний по кремню (твердость порядка 10 ГПа) образцов из стали марки 20Х (HRC 55) в состоянии после электрополирования (а, в) и наноструктурирующего выглаживания (б, г)



Микроцарапание, при котором продукты износа преимущественно в виде чешуек (рис. 3.25, *г*) отделяются от поверхности после многократного передеформирования микрообъемов металла, характеризуется существенно менее интенсивным разрушением материала по сравнению с микрорезанием, когда отделение продуктов изнашивания в виде микростружек (рис. 3.25, *в*) происходит в процессе одноактного воздействия абразивного зерна.

Таким образом, наблюдаемый при испытании по кремню резкий (в 2,1 раза) рост износостойкости поверхностного слоя цементованной стали марки 20X после наноструктурирующего выглаживания связан с изменением основного механизма изнашивания от микрорезания (для исходного термоупрочненного состояния) к пластическому оттеснению.

При испытаниях по более твердому абразиву — корунду, разрушение как исходной термоупрочненной, так и подвергнутой выглаживанию стали происходит по механизму микрорезания: в продуктах износа в обоих случаях преобладает микростружка, образующаяся в процессе одноактного отделения микрообъема металла от поверхности трения, а поверхности изнашивания содержат характерные следы микрорезания в виде острых борозд (рис. 3.26).

Наноструктурирующее выглаживание повышает твердость поверхностного слоя стали марки 20X (HRC 55), что приводит к ограничению процессов микрорезания и снижению интенсивности изнашивания в 1,5 раза.

В условиях трения скольжения по пластине из стали марки 45, наноструктурирующее выглаживание обеспечивает снижение интенсивности изнашивания  $I_h$  стали марки 20X цементованной в 3,4 и 4,5 раз при испытаниях соответственно в воздушной и безокислительной (аргон) средах.



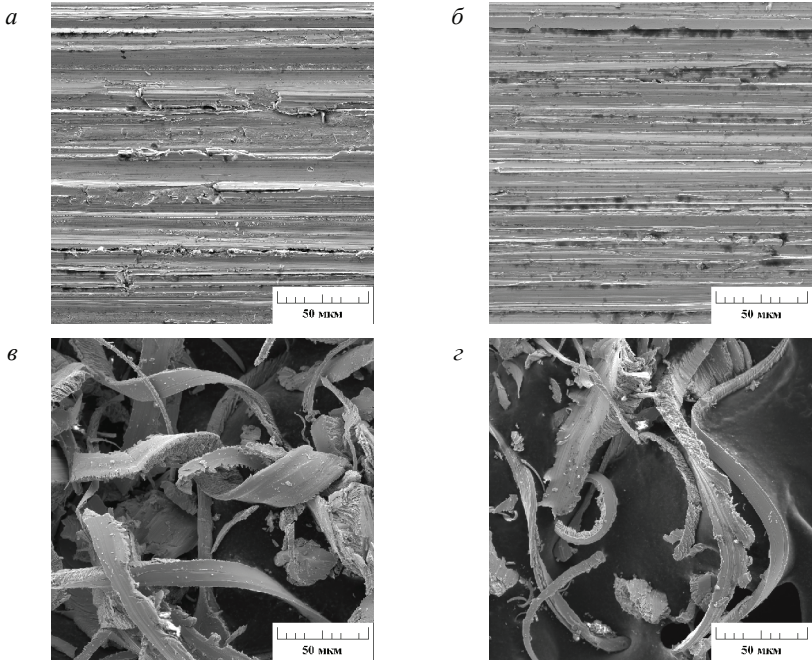


Рис. 3.26. Поверхности абразивного изнашивания (*а, б*) и продукты износа (*в, г*) после испытаний по корунду (твердость порядка 20 ГПа) образцов из стали марки 20Х (HRC 55) в состоянии после электрополирования (*а, в*) и наноструктурирующего выглаживания (*б, г*)

Электронно-микроскопическое изучение поверхностей трения показало, что при испытаниях на воздухе разрушение поверхности исходной термоупрочненной цементованной стали марки 20Х происходит преимущественно за счет усталостно-окислительного изнашивания (рис. 3.27, *а*), развитие которого в результате наноструктурирующего выглаживания локализуется (рис. 3.27, *б*).

Продукты износа преимущественно имеют вид чешуек (рис. 3.27, *в, г*). На металлических частицах износа и вбли-

зи них наблюдается значительное количество вторичных структур.

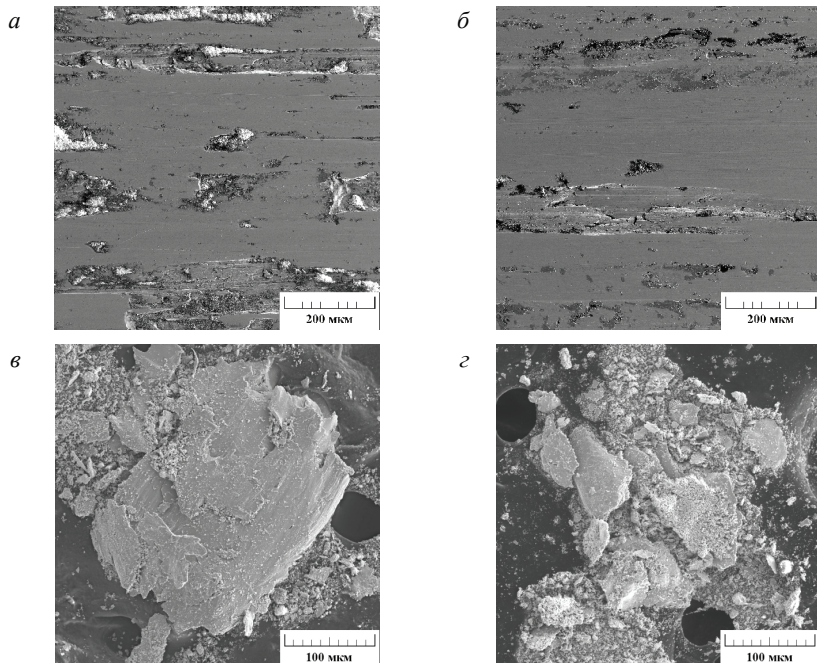


Рис. 3.27. Поверхности изнашивания (а, б) и продукты износа (в, г) образцов из стали марки 20Х (HRC 55) в состоянии после электрополирования (а, в) и наноструктурирующего выглаживания (б, г) при испытаниях по стали марки 45 на воздухе

Химический микроанализ на энергодисперсионном спектрометре показал, что в указанных продуктах износа (рис. 3.28, а) присутствует повышенное содержание кислорода (спектр точки 1 на рис. 3.28, б) и, следовательно, они являются окислами. В точке 2 на металлической частице износа не зафиксировано присутствия кислорода (рис. 3.28, в). Возникающие при трении

в воздушной атмосфере окислы экранируют контактирующие поверхности, препятствуя их адгезионному взаимодействию.

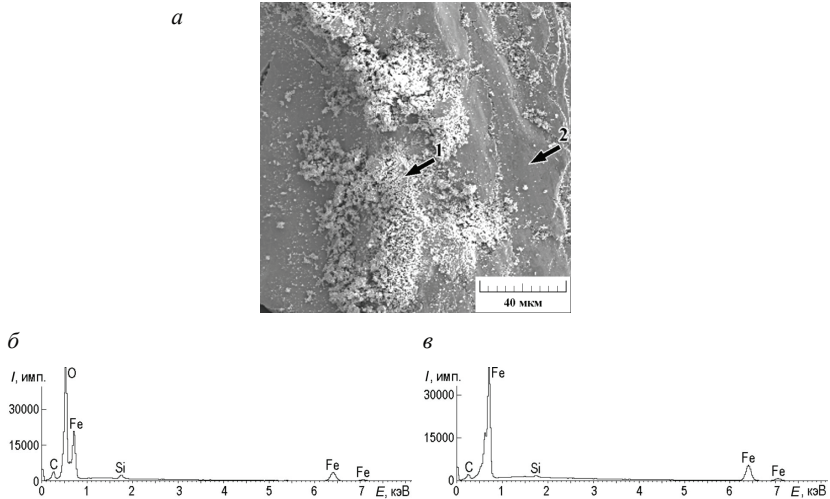


Рис. 3.28. Энергодисперсионные спектры поверхности изнашивания (а) в точках 1 (б) и 2 (в)

При испытании образцов из цементованной стали марки 20Х в среде аргона в отсутствие окислов резко активизируется адгезионное взаимодействие контактирующих поверхностей. В результате этого происходит интенсивное разрушение поверхностного слоя (рис. 3.29, а) с образованием продуктов изнашивания в виде объемных частиц (рис. 3.29, в) и плоских чешуек (рис. 3.29, д), возникающих вследствие пластического отеснения материала и развития малоциклового фрикционного усталости [14].

Наноструктурирующее выглаживание локализует развитие адгезионного изнашивания и пластического отеснения (рис. 3.29, б). Это приводит к снижению в 4,5 раза интенсивности изнашивания  $Ih$  после обработки наноструктурирующим выглаживанием при испытании в аргоне.

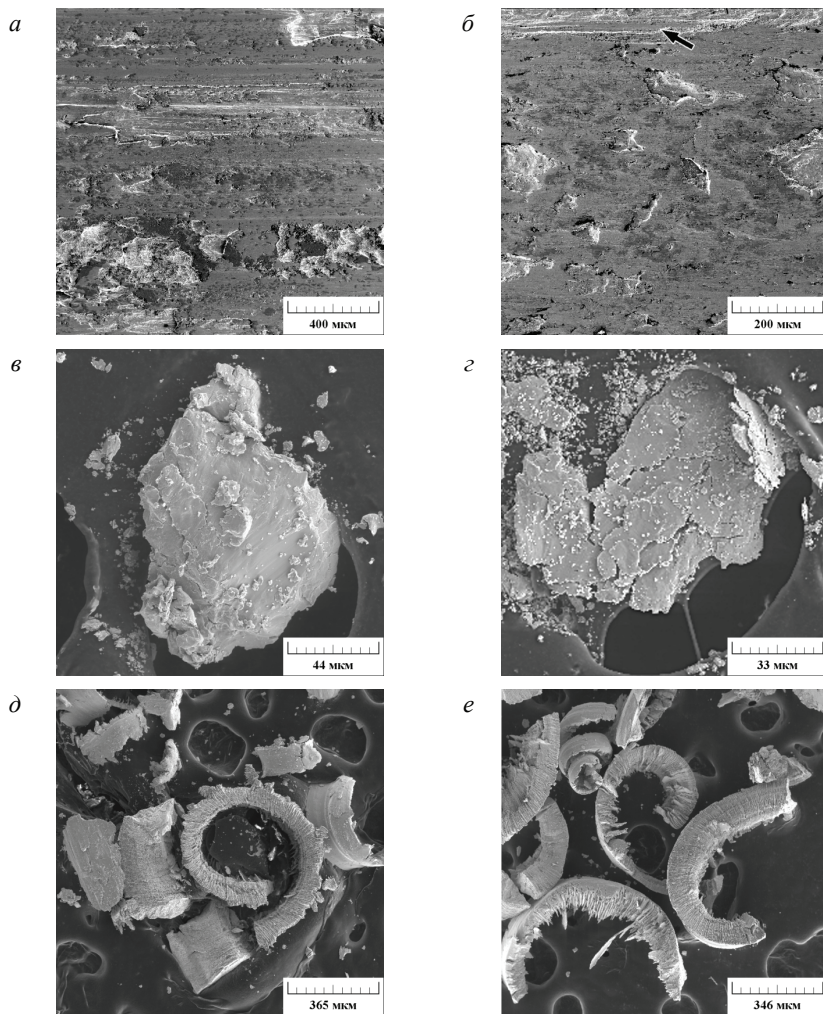


Рис. 3.29. Поверхности изнашивания (*a*, *б*) и продукты износа (*в–е*) образцов из стали марки 20Х (HRC 55) в состоянии после электрополирования (*a*, *в*, *д*) и наноструктурирующего выглаживания (*б*, *з*, *е*) при испытаниях по стали марки 45 в среде аргона

При этом обращает на себя внимание, что после испытаний в аргоне выглаженной поверхности в продуктах износа, наряду с чешуйками (рис. 3.29, *г*), возникшими в результате многократного передеформирования поверхностного слоя, присутствуют также продукты в виде микростружек (рис. 3.29, *е*).

Сравнительные диаграммы интенсивности износа поверхностного слоя стали марки 20Х цементованной в различных условиях испытаний приведены на рис. 3.30.

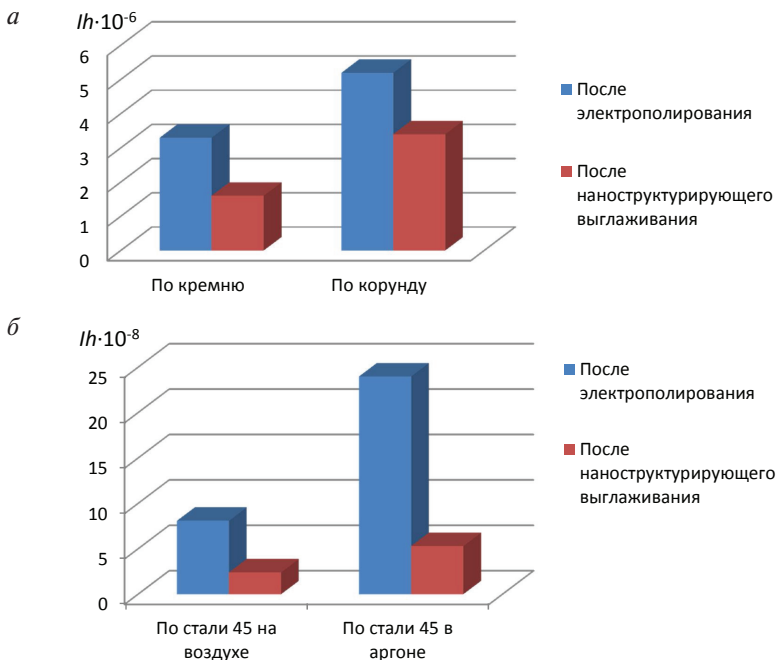


Рис. 3.30. Сравнительные диаграммы интенсивности износа  $Ih$  (*а* —  $Ih \cdot 10^{-6}$ ; *б* —  $Ih \cdot 10^{-8}$ ) поверхностного слоя стали марки 20Х (HRC 55) после электрополирования и наноструктурирующего выглаживания в различных условиях испытаний

Таким образом, отмеченный для различных условий контактного нагружения рост износостойкости стали в результате



наноструктурирующего выглаживания обусловлен ограничением развития процессов микрорезания, пластического и упругого оттеснения, адгезионного изнашивания. Ограничению указанных процессов способствует не только высокая твердость, но и повышенная стойкость наноструктурированного поверхностного слоя к упругим и пластическим деформациям. Об этом свидетельствует рост в результате выглаживания удельной контактной твердости поверхности  $H_{IT}/E^*$ , отношения  $H_{IT}^3/E^{*2}$  и упругого восстановления  $R_e$ .

Важное практическое значение имеет вопрос сохранения при термическом воздействии повышенных прочностных и трибологических характеристик наноструктурированных поверхностей.

Рис. 3.31, а показывает, что достигнутый при наноструктурирующем выглаживании уровень микротвердости поверхностного слоя  $HV_{0,025} = 1190$  остается практически неизменным при двухчасовом нагреве до  $300^\circ\text{C}$ , а микротвердость не ниже  $HV_{0,025} = 1080$  сохраняется до температуры отпуска  $400^\circ\text{C}$ .

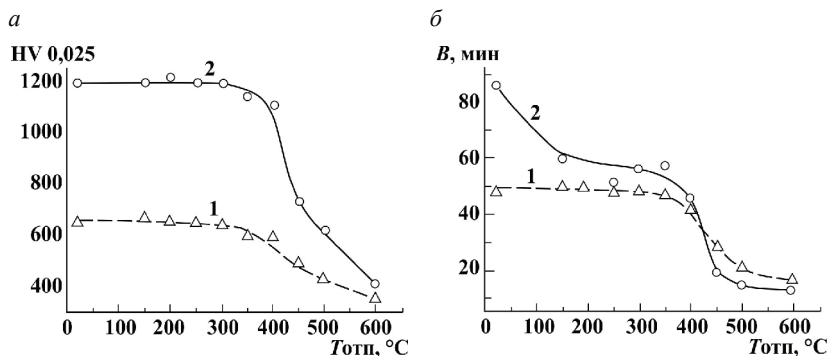


Рис. 3.31. Влияние температуры дополнительного термического отпуска  $T_{отп}$  на микротвердость  $HV_{0,025}$  (а) и интегральную ширину  $B$  рентгеновской линии (110) $\alpha$  (б) поверхностного слоя образцов из стали марки 20X (HRC 55):

- 1 — в состоянии после электрополирования;  
2 — после наноструктурирующего выглаживания

Таким образом, теплостойкость низколегированной цементированной стали марки 20Х после наноструктурирующего выглаживания возрастает до уровня теплостойкости высоколегированных полутеплостойких сталей.

О неизменности структурного состояния сформированного наноструктурирующим выглаживанием поверхностного слоя свидетельствует сохранение до 400 °С повышенных значений ширины рентгеновской линии (рис. 3.31, б), указывающих на высокую дефектность кристаллического строения по сравнению с недеформированным состоянием.

Влияние температуры нагрева на трибологические свойства сформированного поверхностного слоя показано на рис. 3.32. В условиях изнашивания закрепленным абразивом (кремнем), минимальные уровни интенсивности изнашивания  $Ih$  и коэффициента трения  $\mu$  поверхностного слоя, упрочненного наноструктурирующим выглаживанием, сохраняются при нагреве до температур отпуска 200...250 °С. Пониженные значение  $Ih$  и  $\mu$  сохраняются вплоть до температуры отпуска 500 °С.

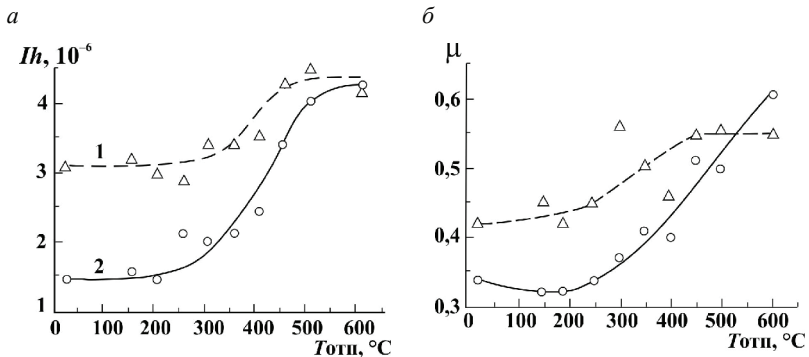


Рис. 3.32. Изменение интенсивности изнашивания  $Ih$  (а) и коэффициента трения  $\mu$  (б) при испытании по закрепленному абразиву (кремню) от температуры дополнительного отпуска образцов из стали марки 20Х (HRC 55):

- 1 — в состоянии после электрополирования;  
2 — после наноструктурирующего выглаживания

В условиях трения скольжения по стальной пластине на воздухе, интенсивность изнашивания  $Ih$  стали марки 20Х цементованной после наноструктурирующего выглаживания сохраняется на минимальном уровне при повышении температуры отпуска до 400 °С (рис. 3.33, а).

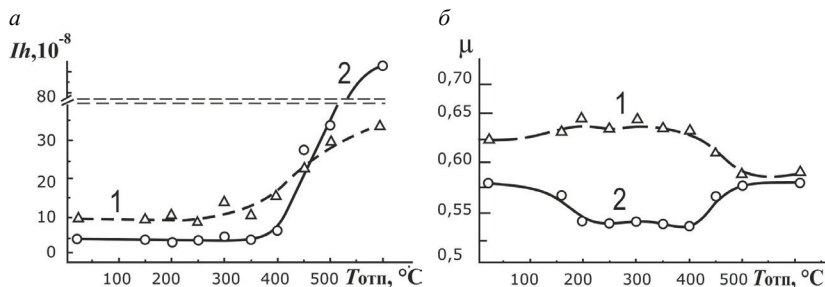


Рис. 3.33. Изменение интенсивности изнашивания  $Ih$  (а) и коэффициента трения  $\mu$  (б) при трении скольжения по пластине из стали марки 45 на воздухе от температуры дополнительного отпуска образцов из стали марки 20Х (HRC 55):

- 1 — в состоянии после электрополирования;  
2 — после наноструктурирующего выглаживания

Указанный характер изменения износостойкости хорошо согласуется с зависимостью от температуры отпуска микротвердости HV поверхности, сформированной наноструктурирующим выглаживанием.

Испытания на усталостную прочность образцов цементованной термоупрочненной стали марки 20Х, обработанной шлифованием, алмазным и наноструктурирующим выглаживанием, осуществлялись на машине МУИ-6000 (рис. 3.34) по схеме, предусмотренной ГОСТ 23026–78.

Шлифование образцов осуществлялось кругом 24 А16 НСМ2 К при скорости шлифования 35 м/с и врезной подаче 0,02 мм/мин.

Алмазное выглаживание выполнялось полусферическим индентором с рабочей частью из природного алмаза  $R = 2$  мм



при силе выглаживания  $F_b = 300$  Н, скорости выглаживания  $v_b = 80$  м/мин и количестве рабочих ходов инструмента  $n_p = 1$ . Обработка осуществлялась в условиях жидкой СОТС Rhenus ( $\mu = 0,05$ ), достигалась шероховатость поверхности  $Ra \cong 0,08$  мкм.

Наноструктурирующее выглаживание выполнялось полусферическим индентором с рабочей частью из ПСТМ DBN  $R = 2$  мм при силе выглаживания  $F_b = 300$  Н, скорости выглаживания  $v_b = 20$  м/мин и количестве рабочих ходов инструмента  $n_p = 4$ . Обработка осуществлялась в условиях жидкой СОТС Rhenus ( $\mu = 0,13$ ), обеспечивалось среднее арифметическое отклонение профиля  $Ra \cong 0,08$  мкм.

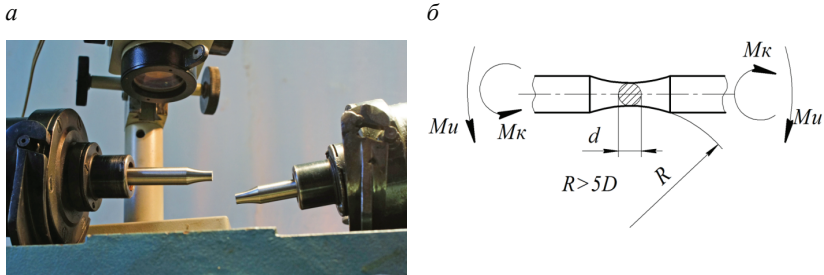


Рис. 3.34. Испытание образцов из стали марки 20Х на усталостную прочность на машине МУИ-6000 (а) по схеме ГОСТ 23026–78 (б)

Результаты испытаний представлены на рис. 3.35. Из приведенных графиков следует, что в условиях малоциклового нагружения образцы, обработанные наноструктурирующим выглаживанием, имеют многократный запас усталостной прочности по сравнению с образцами, обработанными алмазным выглаживанием и шлифованием, что объясняется формированием в тонком поверхностном слое до 10 мкм нанокристаллических структур и созданием высокого уровня прочности и пластичности поверхностного слоя.

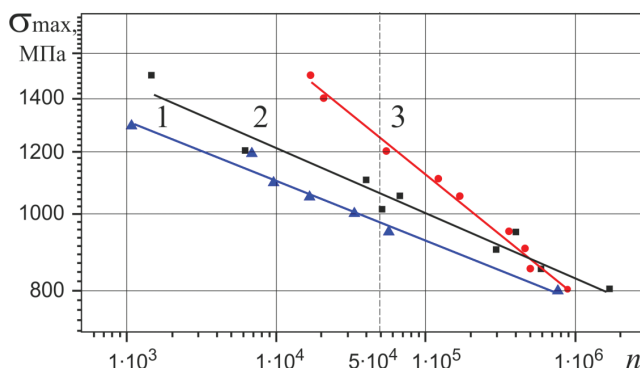


Рис. 3.35. Кривые усталости образцов из цементованной стали марки 20X после шлифования (1), алмазного выглаживания (2), наноструктурирующего выглаживания (3)

### **Структура и свойства поверхностного слоя стали марки AISI 304 после наноструктурирующего выглаживания**

Наноструктурирующее выглаживание образцов из аустенитной нержавеющей стали марки AISI 304 (ФРГ) промышленной выплавки, содержащей Fe, мас. %: 0,06 C; 17,61 Cr; 8,56 Ni; 0,29 Ti; 0,89 Mn; 0,46 Si; 0,22 Mo; 0,14 Co; 0,24 Cu; 0,017 P; 0,019 S, — проводилось на деталях типа «диск» диаметром 7 мм и толщиной 12 мм. После закалки от 1050 °С в воде структура закаленной стали представляла собой аустенитную матрицу (рис. 3.36, а). Твердость образцов по Бринеллю составляла 156 НВ.

Плоские поверхности образцов подвергали чистовому точению и многопроходному наноструктурирующему выглаживанию на токарно-фрезерном центре. Чистовое точение с припуском 0,1 мм осуществлялось твердосплавной пластиной Sandvik WNGA 080404 с радиусом при вершине 0,4 мм при скорости 80 м/мин, подаче 0,06 мм/об с использованием COTC Rhenus. Многопроходное наноструктурирующее выглаживание осуществлялось специальным инструментом (пат. РФ № 62554,

№ 126979) при скорости  $v_b = 50$  м/мин, подаче  $f_b = 0,01$  мм/об, нагрузке  $F_b = 200$  Н с использованием СОТС Rhenus. Рабочая часть индентора из природного алмаза имела сферическую заточку с радиусом  $R = 2$  мм.

Электронная просвечивающая микроскопия показывает, что в процессе наноструктурирующего выглаживания, в тонком поверхностном слое закаленной стали марки AISI 304 возникает фрагментированная структура мартенсита деформации, в которой одновременно присутствуют кристаллиты субмикро- (рис. 3.36, б) и наноразмеров (рис. 3.36, в).

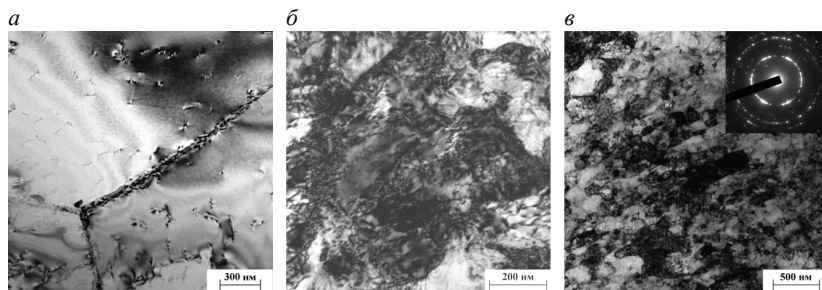


Рис. 3.36. Структура поверхностного слоя стали марки AISI 304 в исходном состоянии (а) и после наноструктурирующего выглаживания (б, в)

Результаты рентгеновского фазового и структурного анализа поверхностей после чистового точения, однопроводного и многопроводного наноструктурирующего выглаживания (табл. 3.8) показывают, что наибольшее влияние многопроводное наноструктурирующее выглаживание стали марки AISI 304 оказывает на содержание в поверхностном слое  $\gamma$ -фазы (аустенита), количество которого в исходной структуре закаленной стали составляет более 95 об. %, после чистового точения и однопроводного выглаживания — 90 %, после многопроводного наноструктурирующего выглаживания доля остаточного

аустенита не превышает 5 %. Приведенные в табл. 3.8 результаты показывают также, что интегральная ширина рентгеновской линии  $(111)\gamma$  возрастает от 10 мин (у аустенита исходной закаленной стали) до 36 мин после чистового точения и однопроходного выглаживания. Это отражает рост плотности дислокаций в аустените и увеличение микроискажений его кристаллической ГЦК-решетки.

Таблица 3.8

**Влияние чистового точения и наноструктурирующего выглаживания аустенитной стали марки AISI 304 на содержание остаточного аустенита  $\gamma$  и интегральную ширину рентгеновских линий  $B_{(111)\gamma}$  и  $B_{(110)\alpha}$  в поверхностном слое образцов**

Состояние образца	$\gamma$ , об. %	$B_{(111)\gamma}$ , МИН	$B_{(110)\alpha}$ , МИН
Исходное (электрополировка)	$\geq 95$	10	—
Чистовое точение	90	36	59
Однопроходное выглаживание ( $n_p = 1$ )	90	36	33
Наноструктурирующее выглаживание ( $n_p = 7$ )	$\leq 5$	—	37

Максимальная интегральная ширина рентгеновской линии  $\alpha$ -фазы  $B_{(110)\alpha} = 59$  мин зафиксирована в тонком поверхностном слое после чистового точения, когда в структуре присутствует 10 об. %  $\alpha$ -фазы, состоящей из мартенсита деформации и деформированного точением  $\delta$ -феррита. После многопроходного выглаживания ( $n_p = 7$ ) ширина линии  $\alpha$ -фазы принимает значения  $B_{(110)\alpha} = 33...37$  мин.

На рис. 3.37 показано изменение содержания  $\gamma$ -фазы (аустенита) и микротвердости  $HV_{0,025}$  по глубине поверхностного слоя, полученное при последовательном электролитическом удалении металла с поверхности детали.

Рентгенофазовый анализ показывает, что многопроходное наноструктурирующее выглаживание стали марки AISI 304 при-

водит почти к полному деформационному распаду аустенита в слое толщиной до 100 мкм (рис. 3.37, *а*). Сформированный поверхностный слой толщиной до 200 мкм характеризуется повышенными по сравнению с исходным состоянием и однопроходным выглаживанием значениями микротвердости  $HV_{0,025}$  (рис. 3.37, *б*).

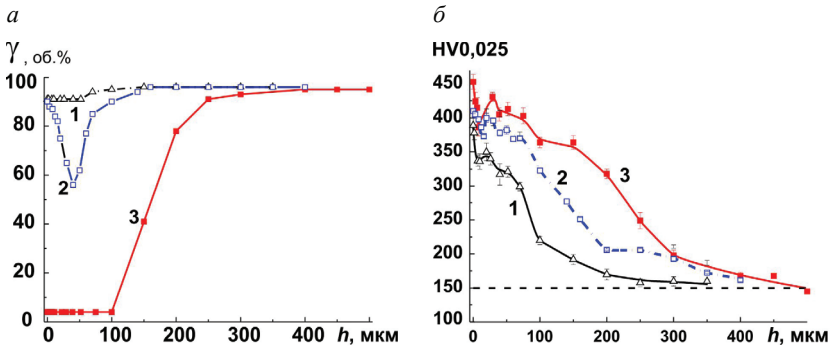


Рис. 3.37. Влияние наноструктурирующего выглаживания на содержание аустенита (*а*) и изменение микротвердости (*б*) в поверхностном слое стали марки AISI 304:

1 — точение; 2 — однопроходное алмазное выглаживание;  
3 — наноструктурирующее выглаживание ( $n_p = 7$ )

В табл. 3.9 представлены результаты микроиндентирования поверхностного слоя стали марки AISI 304.

Таблица 3.9

**Результаты кинетического микроиндентирования поверхности образца из аустенитной стали марки AISI 304 при максимальной нагрузке 0,15 Н**

Состояние образца	$h_{\max}$ , мкм	$h_p$ , мкм	НМ, ГПа	$H_{IT}$ , ГПа	$E^*$ , ГПа	$W_e, 10^{-3}$ , мкДж	$W_p, 10^{-3}$ , мкДж
Исходное	1,92 ( $\pm 0,06$ )	1,78 ( $\pm 0,06$ )	1,6 ( $\pm 0,1$ )	1,8 ( $\pm 0,2$ )	182 ( $\pm 7$ )	7,3 ( $\pm 0,4$ )	93 ( $\pm 4$ )
Чистовое точение	1,25 ( $\pm 0,03$ )	1,03 ( $\pm 0,03$ )	3,8 ( $\pm 0,3$ )	4,6 ( $\pm 0,3$ )	182 ( $\pm 8$ )	12,0 ( $\pm 0,3$ )	61 ( $\pm 3$ )

Окончание табл. 3.9

Состояние образца	$h_{\max}$ , мкм	$h_p$ , мкм	НМ, ГПа	$H_{IT}$ , ГПа	$E^*$ , ГПа	$W_e \cdot 10^{-3}$ , мкДж	$W_i \cdot 10^{-3}$ , мкДж
Наноструктурирующее выглаживание ( $n_p = 7$ )	1,20 ( $\pm 0,02$ )	1,00 ( $\pm 0,02$ )	4,1 ( $\pm 0,1$ )	5,0 ( $\pm 0,2$ )	204 ( $\pm 4$ )	11,1 ( $\pm 0,3$ )	59 ( $\pm 1$ )

**Примечание.**  $h_{\max}$  — максимальная глубина вдавливания индентора;  $h_p$  — остаточная глубина вдавливания после снятия нагрузки; НМ — твердость по Мартенсу;  $H_{IT}$  — твердость вдавливания;  $E^*$  — контактный модуль упругости;  $W_i$  — общая механическая работа вдавливания;  $W_e$ ,  $W_i$  — работа обратной упругой деформации вдавливания.

Приведенные данные показывают, что чистовое точение и последующее однопроходное выглаживание аустенитной стали обуславливают снижение значений максимальной и остаточной глубины вдавливания  $h_{\max}$  и  $h_p$ , рост твердости по Мартенсу НМ (учитывающей наряду с пластической также и упругую деформацию) и твердости вдавливания при максимальной нагрузке  $H_{IT}$ . Чистовое точение не влияет на величину модуля контактной упругости  $E^*$  стали, однако выглаживание приводит к заметному росту значения  $E^*$ .

В результате чистового точения и наноструктурирующего выглаживания возрастает работа обратной упругой деформации вдавливания  $W_e$ . Несколько пониженная величина  $W_e$  после выглаживания в сравнении с точением, наблюдаемая несмотря на более высокую твердость выглаженной поверхности, обусловлена увеличением в результате выглаживания контактного модуля упругости  $E^*$ .

Данные, приведенные в табл. 3.10, показывают, что после чистового точения и многопроходного выглаживания ( $n_p = 7$ ) значения параметров  $R_e$ ,  $H_{IT}/E^*$  и  $H_{IT}^3/E^{*2}$  существенно возрастают. Это связано с повышением твердости вдавливания  $H_{IT}$ , поскольку контактный модуль упругости  $E^*$  либо не изменяет-

ся (при точении), либо возрастает (при выглаживании). Приведенные результаты показывают, что обработка аустенитной стали марки AISI 301 чистовым точением и многопроходным выглаживанием существенно изменяет структуру поверхностного слоя и повышает стойкость поверхности к упругой деформации и сопротивление пластической деформации.

Таблица 3.10

**Характеристики упругого восстановления  $R_e$ , отношений  $H_{IT}/E^*$  и  $H_{IT}^3/E^{*2}$  поверхности аустенитной стали марки AISI 304**

Состояние образца	$R_e, \%$	$H_{IT}/E^*$	$H_{IT}^3/E^{*2}, \text{ГПа}$
Исходное (электрополировка)	7,3	0,010	0,0002
Чистовое точение	17,6	0,025	0,0029
Выглаживание	16,7	0,025	0,0029

### Контрольные вопросы

1. Объясните суть интегральных параметров управления интенсивными пластическими деформациями при наноструктурирующем выглаживании.
2. Предложите новые кинематические схемы наноструктурирующего выглаживания, обеспечивающие более высокую производительность технологии.
3. Как повысить сдвиговую деформацию материала поверхностного слоя при наноструктурирующем выглаживании?
4. Подберите новые материалы для индентора инструмента, которые обеспечивают лучшие условия фрикционного контакта.
5. Какие технологические параметры наноструктурирующего выглаживания и интенсивной пластической деформации обеспечивают уменьшение размеров нанокристаллитов и увеличение толщины нанокристаллического слоя?

6. Каким образом можно управлять изменением коэффициента трения скользящего индентора?
7. Какие свойства наноструктурного материала поверхностного слоя характеризуют параметры  $H_{IT}$ ,  $H_{IT}/E^*$ ,  $H_{IT}^3/E^{*2}$ ?
8. Назовите возможные методы оценки износостойкости наноструктурированного слоя.
9. Как можно повысить теплостойкость наноструктурированного материала поверхностного слоя?
10. Как влияет шероховатость индентора инструмента на наноструктурирование поверхностного слоя стали марки 20X13 (HB 260) и AISI 304?
11. Какие свойства наноструктурирующего поверхностного слоя обеспечивают повышение износостойкости конструкционных сталей?

### *Список библиографических ссылок*

1. Влияние упрочняющей фрикционной обработки на химический состав, структуру и трибологические свойства высокоуглеродистой стали / А. В. Макаров [и др.] // Физика металлов и металловедение. — 2010. — Т. 110, № 5. — С. 530–544.
2. Кузнецов, В. П. Теоретическое обоснование и реализация наноструктурирующего выглаживания при обработке прецизионных деталей из конструкционных сталей : дис. ... д-ра техн. наук: 05.02.07: защищена 23.12.13; утверждена 11.08.14. — Курган, 2013. — 341 с.
3. Toward control of subsurface strain accumulation in nanostructuring burnishing on thermostrengthened steel / V. P. Kuznetsov [et al.] // Surface and Coatings Technology. — 2016. — Vol. 285. — P. 171–178.
4. Finite Element Simulation of Nanostructuring Burnishing / V. P. Kuznetsov [et al.] // Physical Mesomechanics. — 2013. — Vol. 16 (1). — P. 62–72.



5. Колмаков, А. Г. Основы технологий и применение. — М. : ФИЗМАТЛИТ, 2012. — 208 с.
6. Идентификация структурного состояния материалов методом автоматического индентирования / В. Ф. Горбань [и др.] // Сб. докладов Харьковской нанотехнологической ассамблеи. — Харьков, 2006. — Т. 1. — С. 52–55.
7. Папшев, Д. Д. Отделочно-упрочняющая обработка поверхностным пластическим деформированием. — М. : Машиностроение, 1978. — 173 с.
8. Экспериментальные и теоретические исследования формирования субмикрошероховатых поверхностей деталей выглаживанием на токарно-фрезерных центрах / В. П. Кузнецов, О. В. Дмитриева, А. В. Макаров, А. Е. Киряков // Известия Томского политехнического университета. — 2011. — Т. 319, № 2. — С. 40–45.
9. Дроздов, Ю. Н., Юдин, Е. Г., Белов, А. И. Прикладная трибология (трение, износ, смазка) / под ред. Ю. Н. Дроздова. — М. : Эко-Пресс, 2010. — 604 с.
10. Махутов, Н. А., Фролов, К. В., Гаденин, М. М. Научные основы повышения малоциклового прочност. — М. : Наука, 2006. — 624 с.
11. Износостойкость и структурные изменения поверхностного слоя азотсодержащих высокохромистых сталей мартенситного класса при абразивном воздействии и трении скольжения / А. В. Макаров, Л. Г. Коршунов, В. М. Счастливцев, Н. Л. Черненко // Физика металлов и металловедение. 1998. — Т. 86, № 4. — С. 104–114.
12. Поверхностная прочность материалов при трении / Б. И. Костецкий [и др.]. — К. : Техника, 1976. — 296 с.
13. Голего, Н. Л. Схватывание в машинах и методы его устранения. — К. : Техника, 1966. — 231 с.
14. Крагельский, И. В., Добычин, М. Н., Комбалов, В. С. Основы расчетов на трение и износ. — М. : Машиностроение, 1977. — 526 с.

---

## ГЛАВА 4. Методы структурно-фазового анализа наноструктурированных поверхностных слоев

---

### 4.1. Просвечивающая электронная микроскопия

**П**росвечивающая электронная микроскопия (ПЭМ) (*transmission electron microscopy*) является наиболее универсальным классическим методом исследования структурных дефектов кристаллов. Она также используется для анализа морфологических особенностей, ориентации дефектов относительно решетки матрицы и определения размеров кристаллитов и нанокристаллитов [1–2].

Основой просвечивающей электронной микроскопии является воздействие электронного луча на исследуемый образец. При этом в образце возникают различные типы излучений (рис. 4.1), из которых в реализации метода используются электроны, прошедшие через образец, и электроны, дифрагировавшие в соответствии с условием Брэгга.

Просвечивающий электронный микроскоп представляет собой вертикальную колонну с вакуумом порядка  $10^{-3} \dots 10^{-4}$  Па, в которой располагается оптическая система. Основой оптической системы просвечивающего электронного микроскопа является электронная пушка, конденсор, объективная и проекционная линзы, а также регистрирующее устройство (рис. 4.2).

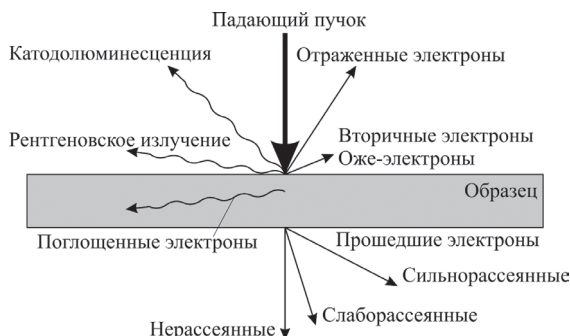


Рис. 4.1. Типы излучений в облученном электронами образце

Объективная линза позволяет регулировать увеличение пучка электронов, прошедших через исследуемый образец, в 50...100 крат и получать четкое изображение участков образца и дифракционную картину от образца.

Проекционная линза служит для создания конечного пучка электронов. Ее увеличение может достигать 100 крат.

Между объективной и проекционными линзами часто устанавливают одну или несколько промежуточных линз, благодаря которым возможно добиться увеличения в несколько миллионов крат.

Регистрирующее устройство предназначено для преобразования конечного пучка

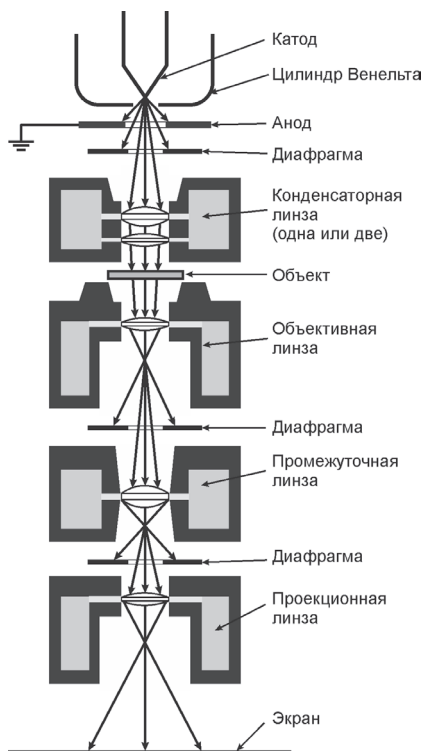


Рис. 4.2. Устройство просвечивающего электронного микроскопа

в электрический сигнал, который поступает в ПК и обрабатывается при помощи специализированного программного обеспечения. В качестве регистрирующего устройства в электронных микроскопах могут применяться, например, ПЗС-матрицы.

Просвечивающие электронные микроскопы могут работать в режиме светлопольного, темнопольного изображения, а также позволяют получать дифракционные картины (электронограммы).

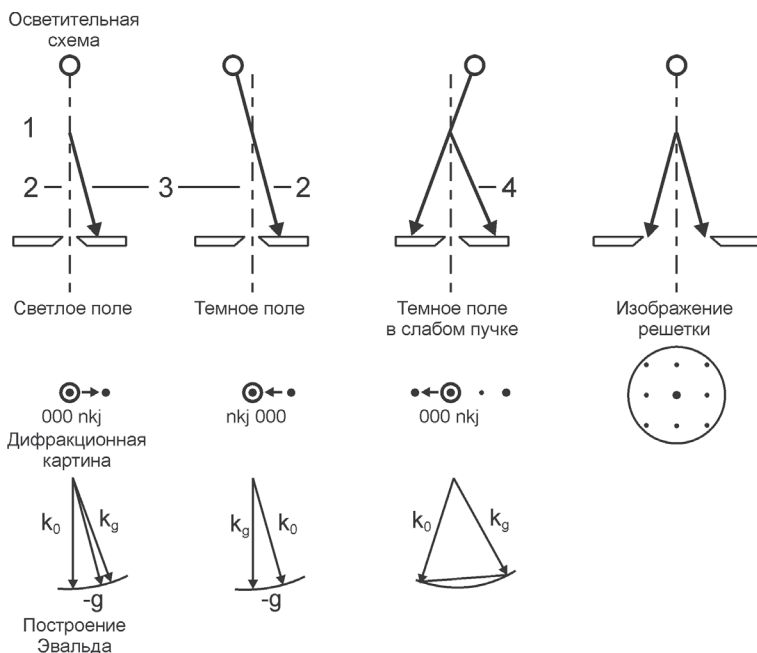


Рис. 4.3. Диаграмма хода лучей (в т. ч. построение сферы Эвальда):

1 — дифрагирующие плоскости; 2 — прошедший пучок;  
3 — дифрагированный пучок; 4 — сильный дифрагированный пучок

В светлопольном режиме изображение формируется за счет электронов, прошедших через исследуемый объект с малыми

потерями энергии. В таком случае структура изображается темными линиями и пятнами на светлом фоне.

В темнопольном режиме изображение формируется рассеянными электронами (основной пучок при этом отклоняют или экранируют). Этот режим используется при исследовании сильнорассеивающих образцов, а структура изображается как светлые линии и пятна на темном фоне.

Дифракционные картины позволяют судить о кристаллической структуре образцов и с высокой точностью измерять параметры кристаллических решеток.

Для проведения металлографических и металлофизических исследований обычно используют микроскопы с ускоряющим напряжением 100...200 кВ. В зависимости от типа образца (плотности материала), такие микроскопы позволяют рассматривать образцы толщиной 0,2...0,6 мкм. Существуют высоко- и сверхвысоковольтные электронные микроскопы с ускоряющим напряжением 400, 500, 1000, 1500 и даже 3500 кВ. Эти микроскопы позволяют исследовать металлические образцы толщиной до нескольких микрометров.

Просвечивающие электронные микроскопы постоянно совершенствуются. В настоящее время перспективными считаются микроскопы с ускоряющим напряжением 500 кВ и более с разрешением порядка 0,1...0,2 нм (рис. 4.4).

Для работы на просвечивающих электронных микроскопах требуются специально приготовленные тонкие образцы — реплики или фольги, прозрачные для электронов. Однако изготовление таких образцов весьма трудоемкое и в ходе него могут образовываться различные искажения структуры и химического состава (артефакты).

Образцы для исследования с помощью просвечивающего электронного микроскопа (ПЭМ) могут быть разных типов.

Самоподдерживающийся образец состоит из одного материала. При этом образец помимо тонкой части должен иметь достаточно прочный край. Механическая прочность — критиче-

ский параметр самоподдерживающегося образца. Обычно это фольга, но в некоторых случаях исследуют и специальные образцы — реплики. Сравнительно простым методом получения фольги является технология химического и электрохимического полирования тонких пластин. В пластине-заготовке формируется небольшое отверстие, края которого являются прозрачными для электронов с энергией 100...200 кэВ. Максимальная толщина участков фольги, обладающих достаточной прозрачностью для электронов, составляет 100...150 нм.



Рис. 4.4. Просвечивающий электронный микроскоп JEOL JEM-2100

Несамоподдерживающиеся образцы крепятся на сетке или тонкой шайбе с одним отверстием. Это могут быть маленькие частички монолитного материала, полученные химическим или электрохимическим утонением, образцы после микро-мирования, а также различные микрочастицы (порошки, нанотрубки), закрепленные на аморфной подложке. Сетки различаются размером и формой ячеек, кроме того, сетки бывают двусторонние, т.е. закрывающиеся. Такие сетки обычно применяют для магнитных образцов, которые могут быть вырваны сильным электромагнитным полем объективной линзы, после чего они прилипают к полюсным наконечникам этой линзы и искажают изображение. Если подобное произошло, требуется вскрытие и чистка колонны, а также последующая юстировка микроскопа.

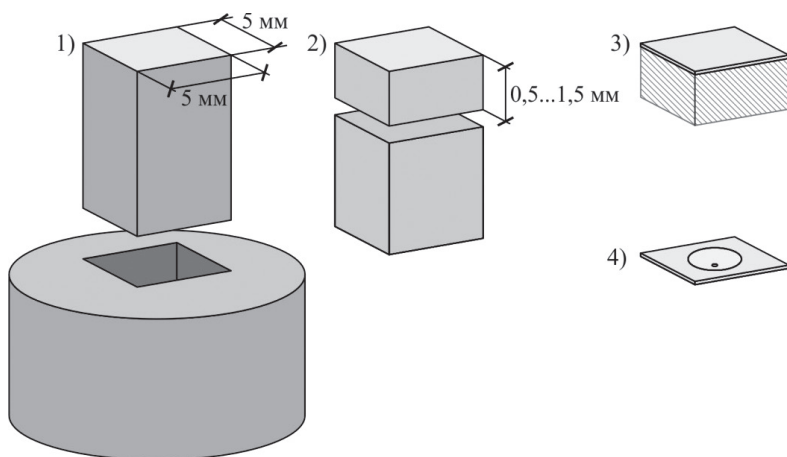


Рис. 4.5. Этапы изготовления фольги с поверхностного слоя образца для проведения ПЭМ

Крайне важным при подготовке образцов для просвечивающей электронной микроскопии является предотвращение влияния метода изготовления на микроструктуру и химический

состав исследуемого образца. Типовая методика изготовления фольги с поверхностного слоя включает в себя 4 этапа (рис. 4.5). На первом этапе из образца с наноструктурированной поверхностью или покрытием вырезается брусок размером не менее 5 x 5 мм. На данном этапе наиболее предпочтительным является использование электроэрозионной обработки, поскольку при высоком качестве и точности реза не происходит перегрев образца, приводящий к рекристаллизации нанокристаллической структуры исследуемой поверхности или покрытия.

На втором этапе от полученного бруска отделяется часть толщиной 0,5...1,5 мм, содержащая наноструктурированный слой или покрытие. На данном этапе также возможно применение электроэрозионной обработки до толщины отделяемой части порядка 1 мм.

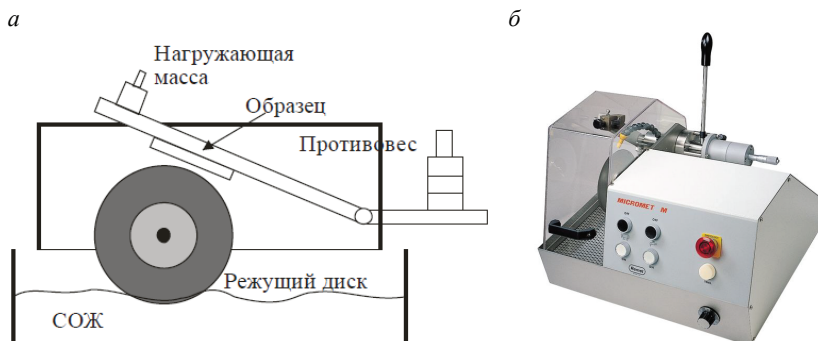


Рис. 4.6. Устройство типового отрезного станка (а) и станок Remet MICROMET M (б)

При необходимости отделения части толщиной 0,5...1 мм преимущественно используются дисковые отрезные станки с непрерывной подачей смазочно-охлаждающих технологических сред в зону обработки (рис. 4.6). Современные отрезные станки оснащаются алмазными, карбидкремниевыми, оксид-



но-алюминиевыми и нитридоборными отрезными дисками толщиной 0,5...0,2 мм.

На третьем этапе отделенная часть бруска механически утоняется со стороны реза до толщины 70...100 мкм, для чего могут быть использованы плоскошлифовальные станки. Также эффективно использовать специализированные установки для прецизионного механического утонения — триподы. Трипод представляет собой трехопорную систему с микрометрической регулировкой длины опор (рис. 4.7). Данная установка позволяет с высокой точностью регулировать нормальную нагрузку и толщину удаляемого материала [3].

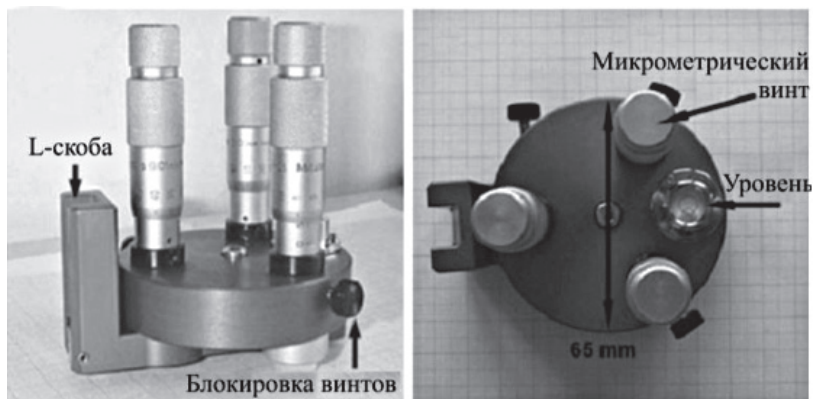


Рис. 4.7. Трипод для прецизионного механического утонения плоских образцов (слева вид сбоку, справа вид сверху)

На четвертом этапе образцы толщиной 70...100 мкм со стороны шлифования подвергаются электрохимическому утонению. Для этого фольгу помещают в анод-фиксатор таким образом, чтобы шлифованная сторона находилась в контакте с электролитом (рис. 4.8). Напротив шлифованной стороны устанавливают катод. Источник питания создает напряжение на уровне 8...15 В между катодом и анодом. Для предотвращения

ния химической реакции с наноструктурированной поверхностью, она герметично закрывается светопрозрачной тефлоновой пленкой. Со стороны наноструктурированной поверхности установлена лампа, свет которой со стороны катода сигнализирует о том, что фольга достаточно утонена. В зависимости от исследуемого материала, электрохимическое утонение может производиться в различных электролитах. Например, для утонения образцов из большинства конструкционных сталей и ряда других машиностроительных материалов широко применяется хромово-ортофосфорный электролит, который содержит 88 мас. % ортофосфорной кислоты  $H_3PO_4$  и 12 мас. % оксида хрома VI  $CrO_3$  [3].

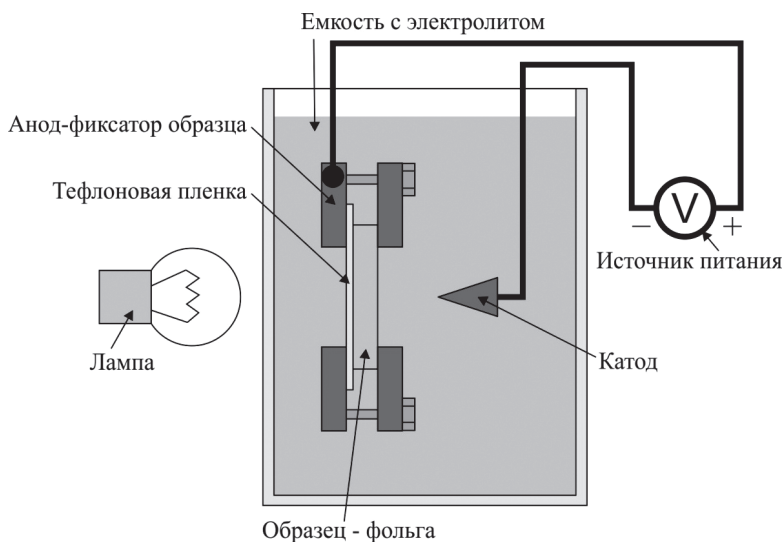


Рис. 4.8. Схема установки электрохимического утонения образца с наноструктурированной поверхностью или покрытием

Вместо электрохимического утонения для подготовки прозрачных для электронов фольг может быть использован метод

ионного травления (рис. 4.9). Метод заключается в бомбардировке образца ионами и нейтральными атомами, ускоренными высоким напряжением в вакууме. В зависимости от кинетической энергии и угла падения, ионы могут выбивать атомы с поверхности образца, тем самым утоняя его. При ионном утонении существенно уменьшается шероховатость поверхности образца, что также положительно сказывается на качестве изготавливаемых фольг.

В камере установки предусмотрено окно, позволяющее наблюдать за процессом ионного утонения в целях обеспечить возможности позиционирования образца и настройки ионных пушек. Окно может быть оснащено стереомикроскопом или CCD-камерой для непосредственного наблюдения глазом человека в первом случае и трансляции на монитор персонального компьютера — во втором.

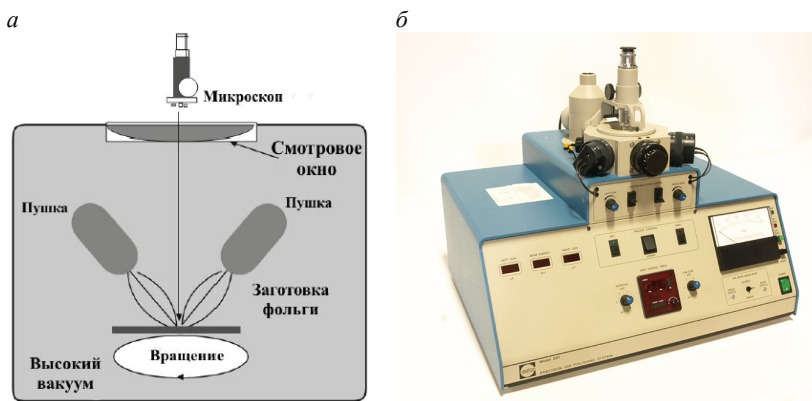


Рис. 4.9. Устройство установки ионного травления (а) и установка 691 PIPS фирмы GATAN (б)

По аналогии с методом электрохимического травления, процесс ионного травления должен быть остановлен в мо-

мент, когда фольга станет светопрозрачной. Для определения момента остановки процесса ионного травления, в установке может быть использован фотоприемник, фиксирующий проходящий сквозь образец свет, или цилиндр Фарадея, фиксирующий наличие ионного тока с противоположной от пушек стороны образца.

Важную информацию несут в себе темнопольные изображения микроструктуры, на которых можно наблюдать изображения отдельных зерен, ориентированных согласно выбранному рефлексу на электронограмме (рис. 4.10).

На основе анализа темнопольных изображений, с высокой точностью могут быть определены размеры отдельных кристаллитов наноструктурированных поверхностей или покрытий. Расчет размеров зерен (или фрагментов) по темнопольным изображениям может быть выполнен на основе измерения площади отдельных изображений в специализированных программных пакетах, например SIAMS 700. Для этого вводится предположение, что зерна наноструктурных материалов имеют форму близкую к сферической.

Таким образом, размер каждого зерна может быть определен как

$$\delta = \sqrt{\frac{4}{\pi} S_{\delta}},$$

где  $\delta$  — рассчитанный размер зерна;  $S_{\delta}$  — измеренная площадь изображения зерна.

Для получения представительной статистической выборки необходимо проанализировать подобным образом не менее 1000 зерен на нескольких фольгах, изготовленных из образцов с различных участков исследуемой наноструктурированной поверхности или покрытия. Полученные результаты могут быть представлены в виде гистограмм (рис. 4.11).

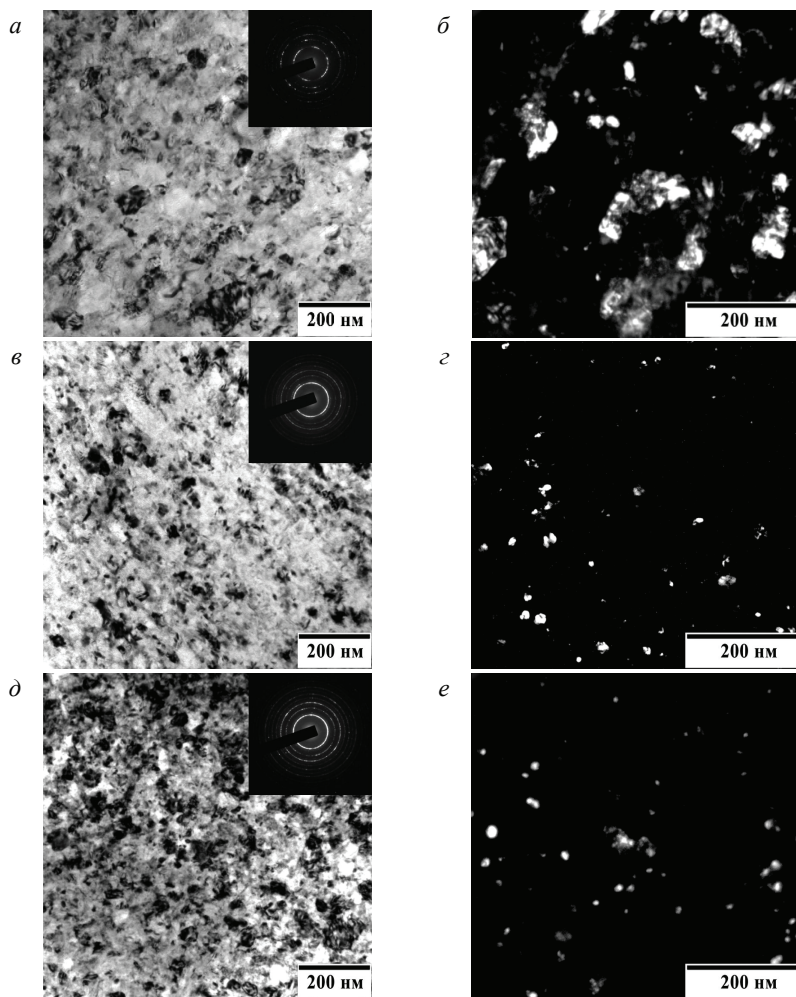


Рис. 4.10. ПЭМ нанокристаллической структуры поверхности стали марки 20Х после наноструктурирующего выглаживания при различных скоростях скольжения индентора [4]:

светлопольные изображения и микродифракции электронов (а, в, д)  
и темнопольные изображения в рефлексе (110) $\alpha$  (б, в, е)

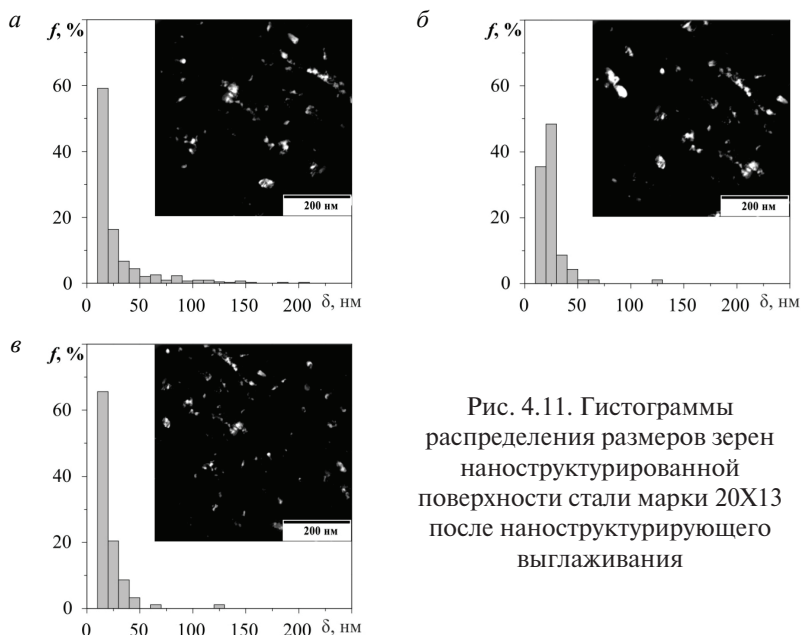


Рис. 4.11. Гистограммы распределения размеров зерен наноструктурированной поверхности стали марки 20Х13 после наноструктурирующего выглаживания

## 4.2. Сканирующая электронная микроскопия

Сканирующая электронная микроскопия (*scanning electron microscopy*) предназначена для исследования поверхности образцов путем анализа электронов первичного пучка, рассеянных в обратном направлении, и вторичных электронов. Вторичные электроны — электроны исследуемого образца, которые под действием электронов первичного пучка преодолели потенциальный барьер на границе твердое тело — вакуум.

Сканирующие (растровые) электронные микроскопы обеспечивают увеличение в 5...200 000 крат и разрешающую способность порядка 10 нм. При этом они обеспечивают глу-

бину фокуса около 1000 мкм при увеличении  $\times 1000$  и около 10 мкм при увеличении  $\times 10\,000$ . Также образцы можно наклонять более чем на  $45^\circ$  в любом направлении, не изменяя фокусировки.

Конструкция растрового электронного микроскопа (рис. 4.12) частично похожа на конструкцию просвечивающего электронного микроскопа. Так, например, система формирования электронного пучка у них аналогична и представляет собой электронную пушку и одну или несколько конденсорных линз. Однако принцип работы растрового электронного микроскопа и связанные с ним конструктивные особенности существенно отличаются ввиду того, что анализируются не прошедшие через образец электроны, а рассеянные и вторичные.

Внутри объективной линзы установлены две пары отклоняющих катушек, которые соединены со схемой развертки. Схема развертки управляет отклоняющими катушками, с помощью которых производится перемещение сфокусированного электронного пучка по поверхности исследуемого образца. Развертка осуществляется в двух взаимно перпендикулярных направлениях. Генератор развертки синхронизирует положение сфокусированного пучка на поверхности исследуемого образца с координатой точки изображения на экране, получаемого при анализе вторичных или рассеянных электронов детектором.

В растровых электронных микроскопах большее предпочтение отдается анализу вторичных электронов, нежели рассеянных, т. к. они обеспечивают лучшее разрешение и позволяют изучать затененные участки образцов. Однако в некоторых случаях бывает целесообразно пожертвовать разрешающей способностью для получения более контрастного изображения, например, при исследовании особенно гладких образцов при небольших увеличениях.

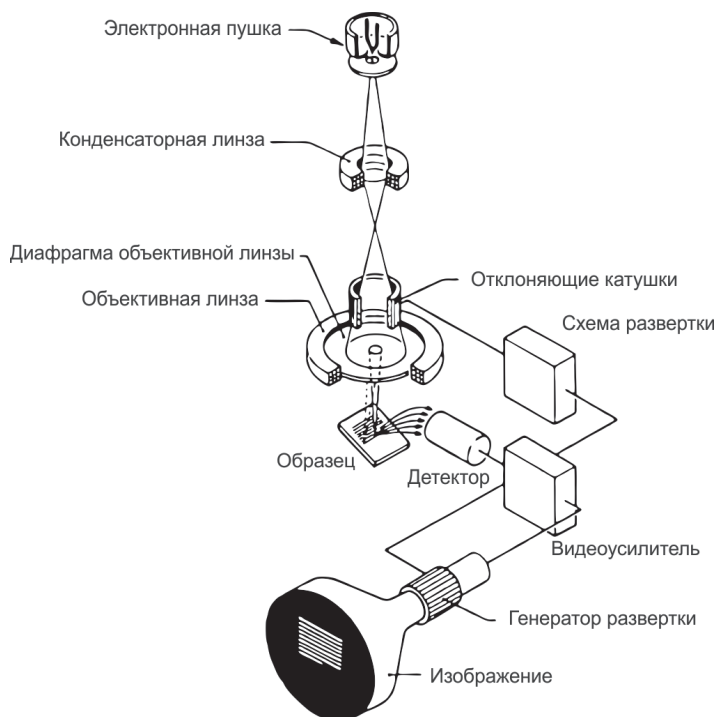


Рис. 4.12. Конструкция растрового электронного микроскопа

Схема взаимодействия первичного электронного пучка с образцом приведена на рис. 4.13. Различные типы излучения и эмитированных частиц могут быть зарегистрированы соответствующим детектором и использованы для изучения образца.

В качестве детектора вторичных электронов наиболее часто применяют систему типа «сцинтиллятор — фотоумножитель», разработанную Эверхартом и Тронли (рис. 4.14). Принцип действия системы основан на том, что вторичные электроны, эмитированные с поверхности образца, попадая на сцинтиллятор (обычно это стекло или легированная пластмасса) выбивают из него фотоны. Выбитые фотоны по световоду поступают в фо-



тоумножитель, где усиливаются и подаются в регистрирующее устройство (например ПЗС-матрицу).

Относительное количество вторичных электронов, улавливаемых детектором, регулируется напряжением смещения на цилиндре Фарадея (заземленного металлического экрана, который полностью изолирует внутреннее пространство от посторонних электростатических влияний).

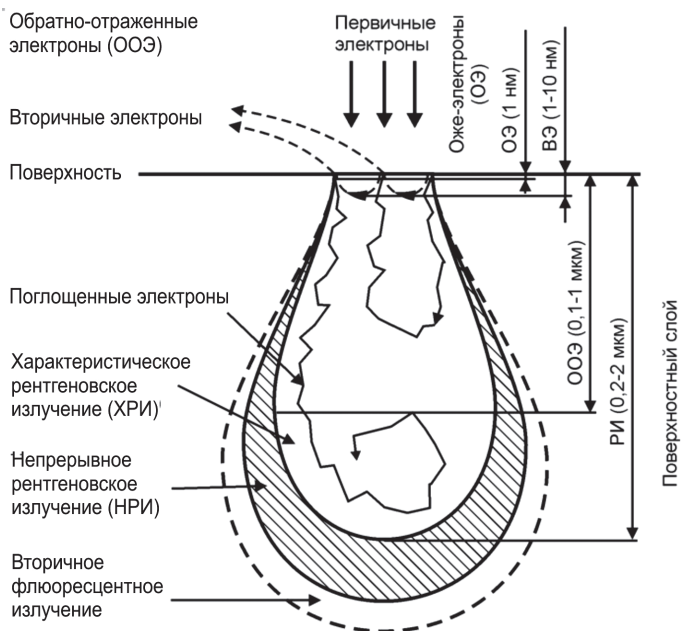


Рис. 4.13. Глубина выхода различных типов излучения и эмитируемых частиц при взаимодействии электронного пучка с образцом

Использование системы Эверхарта — Торнли для регистрации сигнала рассеянных электронов (рис. 4.14) неэффективно, поскольку отраженные электроны имеют высокую скорость (кинетическую энергию), движутся прямолинейно в широком угле (до  $180^\circ$ ) и не отклоняются электрическим полем в отличие

от вторичных электронов. Вследствие этого на сцинтиллятор попадает лишь незначительная часть рассеянных электронов, недостаточная для формирования контрастного изображения. Проблему детектирования рассеянных электронов решают за счет использования твердотельного детектора (диаметром до нескольких сантиметров), который размещают непосредственно над поверхностью образца (рис. 4.15). Детектор обычно изготовлен из кристалла кремния со смещенным  $p$ - $n$  переходом.

При попадании на детектор, рассеянные электроны вносят изменения в протекающий через него ток. Изменения тока усиливаются, и сигнал подается на ПК.

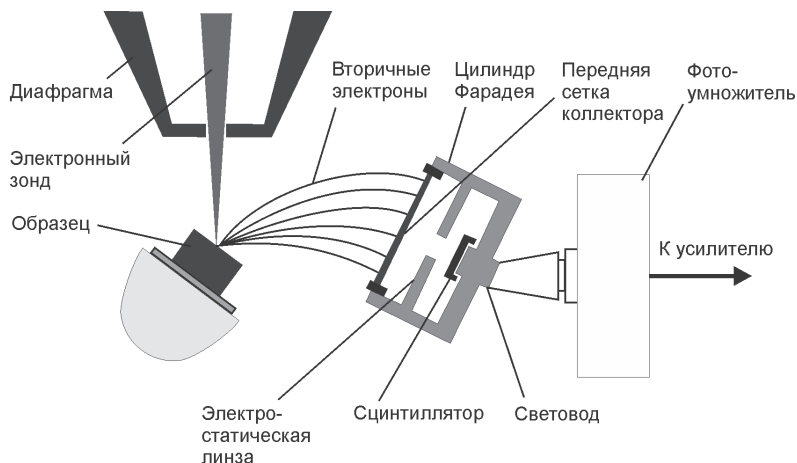


Рис. 4.14. Принципиальная схема детектора вторичных электронов на основе системы Эверхарта — Торнли

Получение контрастного изображения вызвано тем, что эмиссия рассеянных электронов связана с зависимостью от порядкового номера химического элемента. Поэтому, например, на плоской поверхности образца участок материала с более высоким средним порядковым атомным номером рассеивает большее количество электронов. Он выглядит на экране более свет-

лым относительно других участков образца. Такое изображение называют композиционным контрастом.

В том случае, когда поверхность образца имеет ярко выраженные неровности, дополнительно к композиционному можно детектировать топографический контраст.

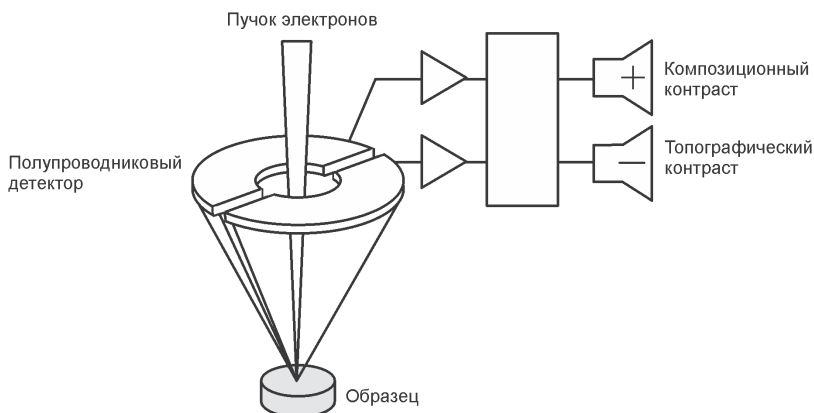


Рис. 4.15. Принципиальная схема парного полупроводникового детектора рассеянных электронов

Таким образом, изображение в режиме отраженных электронов содержит два типа информации: первый отвечает составу исследуемого образца, второй — его топографии. Для того чтобы разделить эти два типа информации, используется парный полупроводниковый детектор, расположенный симметрично относительно оптической оси.

Наибольшим преимуществом сканирующей электронной микроскопии является минимальная обработка образцов при подготовке их к исследованию.

Металлографические шлифы или поверхности излома металлических материалов могут исследоваться без всякой подготовки образцов. Непроводящие материалы должны быть покрыты тонким проводящим слоем толщиной 10...100 мкм для

устранения зарядки образца. Обычно для этих целей используют углерод, золото и другие металлы, наносимые распылением или испарением в высоком вакууме. Окисление поверхности кислородом воздуха при длительном хранении или высокотемпературной обработке может быть устранено электрохимической обработкой или водородным восстановлением.

Поперечные сечения для исследования в растровом электронном микроскопе приготавливаются так же, как и в оптической микроскопии, однако следует более тщательно очищать поверхность от остатков полирующей жидкости или травящего раствора, т. к. они могут вызвать загрязнение поверхности при исследовании образца в условиях вакуума. Органические смолы и любые другие углеродсодержащие вещества, например смазки, также удаляют с поверхности для предотвращения ее загрязнения углеродом и продуктами разложения углеводородов.

Микроструктура многофазных сплавов может быть выявлена глубоким травлением. Травление поверхности не производится при формировании изображения обратно-отраженными электронами, и контраст при этом возникает за счет различия атомных номеров элементов в разных точках поверхности. Фаза, в состав которой входят тяжелые элементы с большими атомными номерами, на изображении в обратно-отраженных электронах выглядит более светлой по сравнению с участками или фазами, содержащими более легкие элементы.

Механическая полировка образца, содержащего твердые и мягкие фазы, часто приводит к появлению нежелательного в этом случае топографического контраста по причине разной их полируемости. В некоторых случаях, при отсутствии загрязнений на поверхности, различная полируемость позволяет получить хороший контраст во вторичных электронах.

Слабо проявляющиеся изображения, например, изображения магнитных доменов или картины каналирования электронов, вообще невозможно получить при наличии на поверхности деформированного слоя или неровностей. Поэтому исследова-

ние микроструктуры этими методами требует приготовления гладких и свободных от деформации поверхностей.

На рис. 4.16 представлены изображения сканирующей электронной микроскопии поперечных шлифов стали марки 20Х (HRC 55) после наноструктурирующего выглаживания с отводом фрикционного тепла, полученные на микроскопе Tescan Mira 3 LMU. На основе полученных снимков поперечного шлифа может быть оценена толщина наноструктурированного слоя.

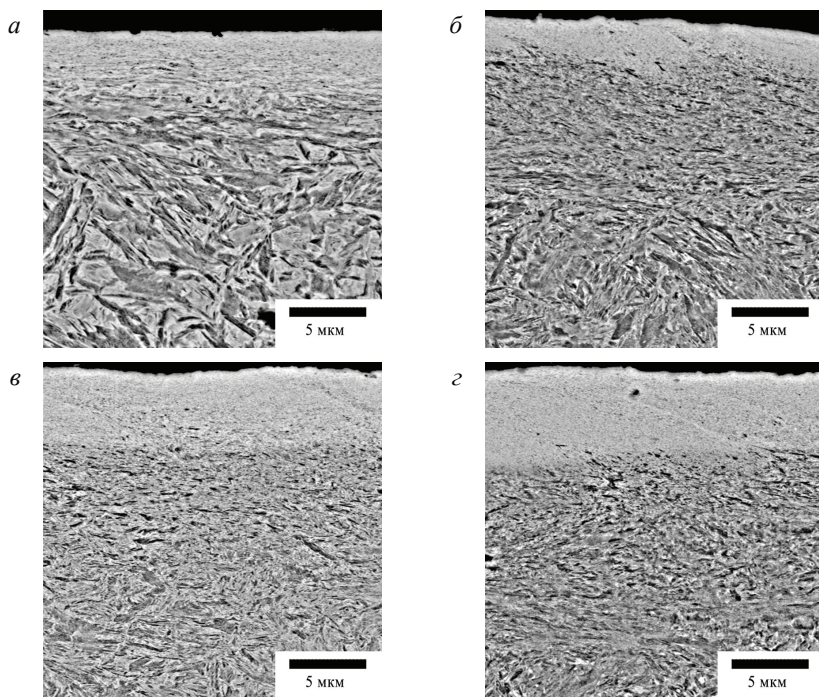


Рис. 4.16. Сканирующая электронная микроскопия поперечного шлифа цементованной стали марки 20Х с наноструктурированным поверхностным слоем после наноструктурирующего выглаживания с отводом фрикционного тепла при скорости скольжения индентора 20 (а), 30 (б), 40 (в) и 50 м/мин (г)

На рис. 4.17 и 4.18 представлены примеры сканирующей микроскопии поверхности сталей марок 20Х13 и 20Х после наноструктурирующего выглаживания при различной кратности увеличения.

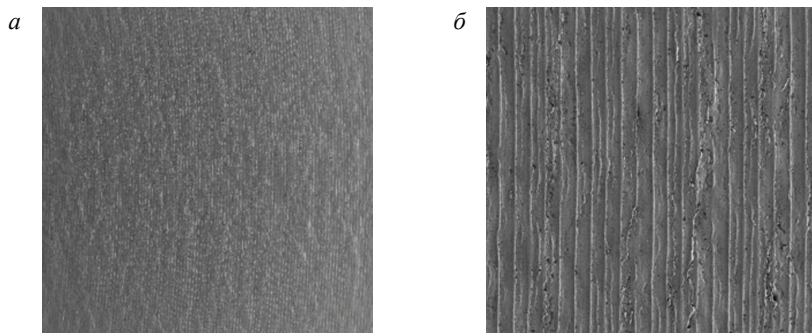


Рис. 4.17. Изображения поверхности цементованной стали марки 20Х после наноструктурирующего выглаживания [3], полученные на сканирующем электронном микроскопе Tescan Mira 3 LMU с увеличением X500 (а) и X1000 (б)

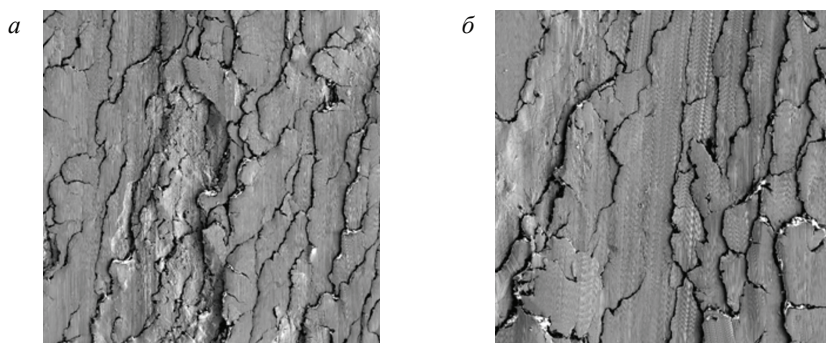


Рис. 4.18. Изображения разрушенной поверхности образца из цементованной стали марки 20Х [3], полученные на сканирующем электронном микроскопе Tescan Mira 3 LMU с увеличением X500 (а) и X1000 (б)



### 4.3. Рентгеноструктурный анализ

Рентгеноструктурный анализ заключается в анализе интенсивности и пространственного распределения рассеянного на поверхности исследуемого образца рентгеновского излучения [5, 6]. Рентгеновские лучи представляют собой ионизирующее электромагнитное излучение в области спектра между гамма- и ультрафиолетовым излучением (длины волн в диапазоне  $10^{-12} \dots 10^{-9}$  м). Рентгеновский структурный анализ является дифракционным структурным методом, и в его основе лежит взаимодействие рентгеновского излучения с электронами исследуемого вещества, в рамках которого возникает дифракция рентгеновских лучей. Картина дифракции, получаемая в результате облучения образца, определяется по длине волны исходного излучения и структурно-фазового состава исследуемого материала. При исследовании атомной структуры широко применяется излучение с длиной волны примерно  $10^{-10}$  м, которая имеет тот же порядок, что и размеры атомов.

В качестве источника рентгеновского излучения в современных рентгеновских дифрактометрах используются рентгеновские трубки, в которых электроны, испускаемые с катода, ускоряются разностью потенциалов между анодом и катодом. Для фиксации рассеянного излучения исследуемого образца широко применяются детекторы ядерных излучений (рис. 4.19).

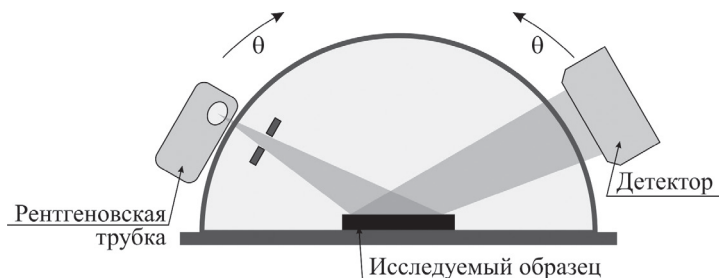


Рис. 4.19. Принципиальная схема рентгеновского дифрактометра

При рентгеновском структурном анализе материалов с кристаллической структурой, для описания взаимодействия рентгеновского излучения используется анализ не рассеянных отдельными атомами рентгеновских лучей, а их отражений от плоскостей, которые образуют атомы в кристаллической решетке [6]. При отражении рентгеновского излучения от соседних плоскостей кристаллической решетки, пройденный лучами путь будет неодинаков. Разница между пройденным путем в этом случае составляет  $2d\sin\theta$ , где  $d$  — расстояние между соседними плоскостями кристаллической решетки, а  $\theta$  — угол падения и угол отражения. В зависимости от величины двойного угла  $2\theta$ , отраженные от образца рентгеновские лучи могут как складываться между собой, так и вычитаться (рис. 4.20). Максимум амплитуды результирующего излучения может быть обеспечен поворотом рентгеновской трубки и детектора таким образом, чтобы разность пройденного лучами пути соответствовала целому числу волн, т. е. отвечала условию

$$2D\sin\theta = n\lambda.$$

Данное условие названо уравнением Вульфа—Брегга.

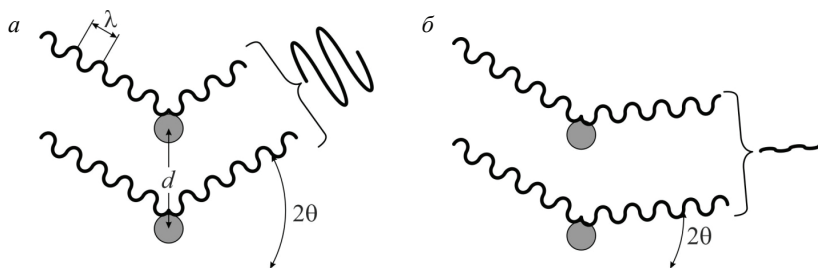


Рис. 4.20. Дифракция отраженных рентгеновских лучей в кристалле:  
а — условие Брегга выполняется; б — условие Брегга не выполняется

Таким образом, интерференция рентгеновских лучей, отраженных от кристаллической решетки с определенным меж-



плоскостным расстоянием, будет приводить к увеличению интенсивности излучения только при определенном угле  $2\theta$ , удовлетворяющем закону Брегга. В противном случае интенсивность излучения будет снижаться вследствие сложения волн в противофазе вплоть до полного погашения.

Для регистрации дифракционной картины, в дифрактометрах производится синхронное вращение излучателя и детектора вокруг оси гониометра, в которой располагается исследуемый образец. При этом угловая скорость перемещения детектора должна вдвое превышать скорость излучателя. Первичное излучение дифрагирует в поверхности образца и попадает в детектор, где происходит измерение количества поступившей энергии в течение определенного времени. По мере изменения угла  $2\theta$ , условия Брегга поочередно выполняются для различных систем кристаллических плоскостей поликристаллического образца. При выполнении условия Брегга для конкретного угла, на дифрактограмме фиксируется пик интенсивности излучения. С помощью полученной дифрактограммы по положению пиков может быть установлен фазовый состав исследуемого образца (рис. 4.21). По интенсивности пикового излучения (высоте пиков) можно установить концентрацию той или иной кристаллической фазы. На основе анализа интенсивности нелинейного фона может быть определено общее содержание аморфной фазы.

При исследовании наноструктурированных поверхностных слоев может быть использован как традиционный метод съемки по Бреггу-Брентано, так и метод скользящих рентгеновских лучей (GIXRD — *Grazing Incidence X-Ray Diffraction*). При съемке методом Брегга-Брентано рентгеновское излучение проникает на 20 мкм в поверхность образца. Полученная таким образом дифрактограмма дает интегральную оценку фазового состава всего объема материала поверхностного слоя той же глубины. Метод скользящих рентгеновских лучей обеспечивает глубину проникновения на уровне 1...10 мкм, что позволяет исследовать более тонкие наноструктурированные поверхности.

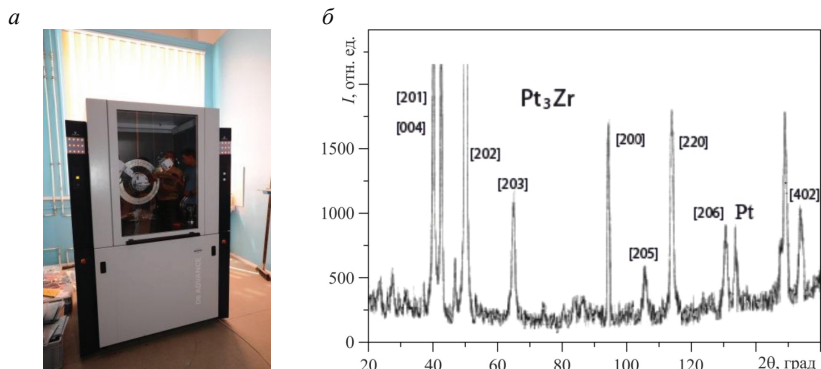


Рис. 4.21. Фотография рентгеновского дифрактометра Bruker ADVANCE D8 (а) и дифрактограмма наноструктурированного покрытия  $\text{Pt}_3\text{Zr}$  на молибденовой основе (б)

Помимо вышеописанных параметров фазового состава материала, на основе анализа рентгеновских дифрактограмм могут быть установлены следующие параметры:

- 1) величина макронапряжений, которая может быть определена на основе измерения величины смещения рентгеновского пика относительно стандартного расположения для данной марки стали,

$$\sigma_1 + \sigma_2 = - \left( \frac{E}{\nu} \right) \frac{(d_{\perp} - d_0)}{d_0},$$

где  $E$  — модуль нормальной упругости;  $\nu$  — коэффициент Пуассона;  $d_{\perp}$  — межплоскостное расстояние для системы плоскостей под максимальном брэгговским углом при перпендикулярном падении первичного пучка на образец в случае напряженного состояния;  $d_0$  — межплоскостное расстояние той же системы плоскостей при отсутствии напряжений;

- 2) размер областей когерентного рассеяния (ОКР), может быть определен по уширению рентгеновского пика

$$D_{hkl} = \frac{n\lambda}{\beta \cos \theta_{hkl}},$$

где  $n$  — порядок отражения (целое положительное число);  $\lambda$  — длина волны;  $\beta$  — физическое уширение линии на дифрактограмме в радианах;  $\theta$  — дифракционный угол;

- 3) величина внутренних микроискажений, может быть установлена по уширению пиков на дифрактограмме

$$\varepsilon = \frac{\Delta d}{d},$$

где  $\Delta d$  — максимальное отклонение межплоскостного расстояния от среднего значения;

- 4) уровень внутренних микронапряжений (рис. 4.22), может быть рассчитан как

$$\sigma = E \frac{\Delta d}{d}.$$

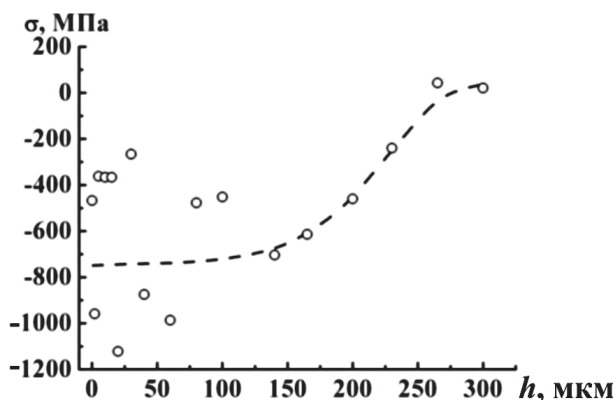


Рис. 4.22. Величина внутренних микронапряжений наноструктурированной поверхности цементованной стали марки 20X после наноструктурирующего выглаживания [3], определенная на дифрактометре Shimadzu XRD-7000

### *Контрольные вопросы*

1. Опишите принцип работы рентгеновского дифрактометра.
2. В чем заключается сущность метода сканирующей электронной зондовой микроскопии?
3. Перечислите области применения сканирующего электронного микроскопа.
4. В чем заключается метод просвечивающей электронной микроскопии? Опишите его достоинства и недостатки.
5. Какие основные режимы работы применяются в просвечивающих электронных микроскопах?
6. Опишите типы образцов для исследования с помощью просвечивающего электронного микроскопа.
7. Опишите методики подготовки образцов (фольг), применяемых при исследовании на просвечивающих электронных микроскопах.
8. Назовите преимущества и недостатки электрохимического метода полирования фольг.
9. Каков принцип работы растрового электронного микроскопа и каковы его конструктивные особенности?
10. В чем заключаются особенности подготовки образцов к исследованиям на сканирующем электронном микроскопе?
11. Опишите методику определения размеров зерен при просвечивающей электронной микроскопии.
12. В чем заключается метод рентгеноструктурного анализа?
13. Какую информацию можно получить с помощью сканирующего электронного микроскопа?
14. Каким образом можно определить величину внутренних микронапряжений?
15. Какова глубина проникновения рентгеновских лучей при рентгеноструктурном анализе методом скользящих рентгеновских лучей?

### *Список библиографических ссылок*

1. Батаев, В. А., Батаев, А. А., Алхимов, А. П. Методы структурного анализа материалов и контроля качества деталей. — Новосибирск : Изд-во НГТУ, 2006. — 220 с.
2. Брандон, Д., Каплан, У. Микроструктура материалов. Методы исследования и контроля. — М. : Техносфера, 2006. — 384 с.
3. Кузнецов В. П. Теоретическое обоснование и реализация наноструктурирующего выглаживания при обработке прецизионных деталей из конструкционных сталей : дис. ... д-ра техн. наук. — Курган, 2013. — 431 с.
4. Скоробогатов, А. С. Управление формированием структуры и свойств: дис. ... канд. техн. наук: 05.16.09: защищена 21.06.18: утв. 12.12.18. — Екатеринбург, 2018. — 134 с.
5. Белов, Н. В. Структурная кристаллография. — М. : Изд-во Академии наук СССР, 1951. — 87 с.
6. Ramachandran, G. N., Srinivasan, R. Fourier methods in crystallography. — N. Y., 1970. — 259 p.

---

## ГЛАВА 5. Методы исследования механических свойств наноструктурированных поверхностных слоев

---

### 5.1. Методы измерения микро- и нанотвердости

**Т**вердость (*hardness*) — это способность материалов сопротивляться упругой деформации, пластической деформации и (или) разрушению в поверхностном слое. Твердость является одним из важнейших механических свойств материалов. От твердости материала зависят такие основные характеристики, как прочность, износостойкость. Твердость материала детали во многом определяет возможность ее использования в ответственных узлах машин, эксплуатируемых в условиях высокого нагружения. По значению твердости можно судить также об упрочнении материала поверхностного слоя.

Наиболее распространенными методами механических испытаний наноструктурированных материалов, упрочняющих покрытий и поверхностных слоев образцов деталей являются измерения микро- и нанотвердости. Следует четко различать понятия микро- и нанотвердости.

Микротвердость — твердость отдельных участков микроструктуры материала. Микротвердость определяется индентированием при нагрузке на индентор не более 2 Н (при большей нагрузке полученные характеристики материала относятся

к определению макроскопической твердости) и при внедрении индентора не менее чем на 200 нм [1].

**Нанотвердость** — твердость наноразмерных объектов или отдельных наноразмерных элементов, входящих в состав нанокompозита или наноструктурированного материала [1]. Нанотвердость измеряется путем наноиндентирования на глубину, не превышающую 200 нм. Величина нанотвердости может значительно отличаться от микротвердости для одного и того же материала.

При индентировании различают измерения методами восстановленного и невосстановленного отпечатка. Методы различаются тем, что измерение размеров пятна производится либо под нагрузкой, либо после ее удаления. Отпечаток, полученный в материале при индентировании, уменьшает свои размеры при удалении нагрузки за счет упругих деформаций материала. Такой отпечаток называется восстановленным. Однако пока нагрузка не удалена, материал не восстанавливается и отпечаток имеет свои реальные размеры, т. е. является невосстановленным.

Испытания на микро- и нанотвердость вдавливанием по методу восстановленного отпечатка заключаются в нанесении на испытываемую поверхность изделия (образца) отпечатка под действием статической нагрузки, приложенной к алмазному наконечнику (индентору) в течение определенного времени. После удаления нагрузки и измерения параметров полученного отпечатка определяется число микротвердости. Наиболее распространены методы определения микро- и нанотвердости по Виккерсу и Кнупу.

По Виккерсу индентирование производится квадратной алмазной пирамидой с углами при основании  $136^\circ$  (рис. 5.1). Число твердости определяется по формуле (5.1), если сила  $F$  выражена в ньютонах, или по формуле (5.2), если сила  $F$  выражена в килограммах силы,

$$HV = \frac{F}{S} = \frac{0,102 \cdot 2F \sin d / 2}{d^2} = 0,189 \frac{F}{d^2}; \quad (5.1)$$

$$HV = \frac{F}{S} = \frac{2F \sin d / 2}{d^2} = 1,854 \frac{F}{d^2}, \quad (5.2)$$

где  $F$  — нормальная нагрузка, приложенная к алмазному наконечнику, Н (кгс);  $S$  — условная площадь полученного отпечатка, мм<sup>2</sup>;  $d$  — среднее арифметическое длин обеих диагоналей квадратного отпечатка.

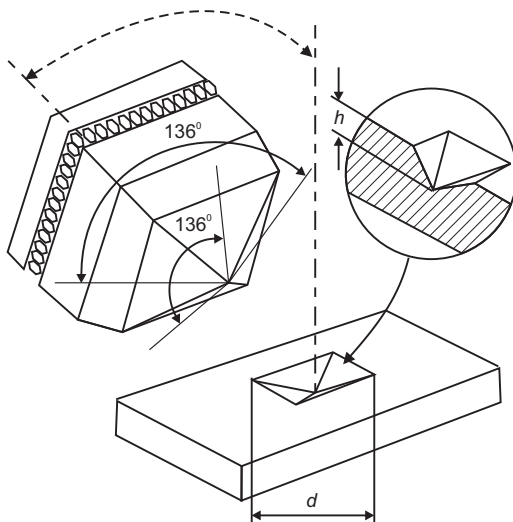


Рис. 5.1. Схема определения твердости по Виккерсу

По Кнупу индентирование производится ромбической алмазной пирамидой с углами  $130^\circ$  и  $172^\circ 30'$  (рис. 5.2). Число твердости вычисляется по формуле (5.3), если сила  $F$  выражена в ньютонах, или по формуле (5.4), если сила  $F$  выражена в килограммах силы.

$$HK = \frac{F}{S} = \frac{0,102 \cdot 2F \operatorname{tg} \alpha / 2 \cdot 2 \cos \beta / 2}{l^2 \sqrt{1 + \frac{\sin^2 \beta / 2}{\operatorname{tg}^2 \alpha / 2}}} = 1,313 \frac{F}{l^2}; \quad (5.3)$$



$$HK = \frac{F}{S} = \frac{2F \operatorname{tg} \alpha / 2 \cdot \cos \beta / 2}{l^2 \sqrt{1 + \frac{\sin^2 \beta / 2}{\operatorname{tg}^2 \alpha / 2}}} = 12,873 \frac{F}{l^2}, \quad (5.4)$$

где  $\alpha$  и  $\beta$  — углы заострения ромбического алмазного наконечника, град;  $l$  — длина отпечатка, мм.

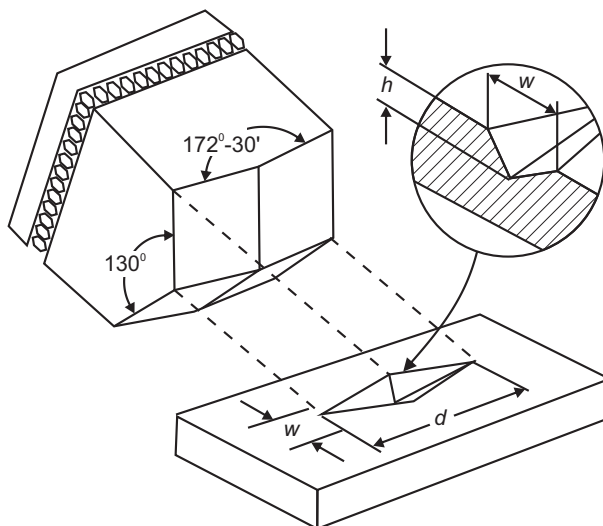


Рис. 5.2. Схема определения твердости по Кнупу

В обоих методах продолжительность приложения нагрузки (если не указана) составляет 10...15 с.

Прибор для измерения микротвердости содержит в себе металлографический микроскоп с увеличением порядка 500х и нагружающее устройство, создающее регламентированное усилие. При исследовании микротвердости по глубине поверхностного слоя, измерения проводятся на металлографическом шлифе.

На рис. 5.3 показан современный микротвердомер есоHARD XM1270С фирмы АНОТЕСН, который позволяет

измерять твердость и микротвердость образцов методами Виккерса и Кнупа в диапазоне нагрузок 0,025...2 кгс. Микроскоп прибора снабжен переключаемыми 100- и 500-кратными объективами. Для освещения используется 12-ваттная лампа (поток до 63 лм) с возможностью настройки интенсивности (1000 шагов, поток 0,063 лм на шаг).

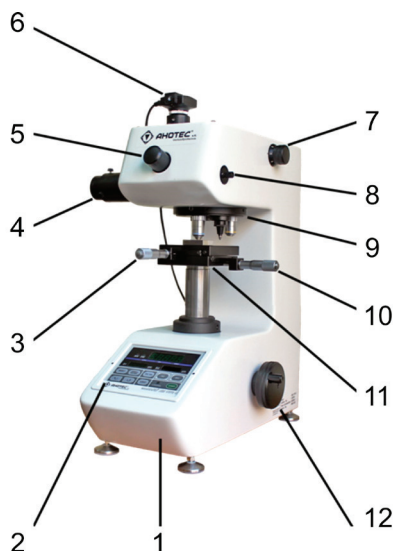


Рис. 5.3. Микротвердомер АНОТЕС есоHARD XM1270С:

- 1 — корпус; 2 — панель управления; 3 — рукоятка перемещения стола по оси Y; 4 — источник монохромного света; 5 — гнездо приспособления для ручного измерения; 6 — цифровая камера; 7 — рукоятка установки режима нагрузки; 8 — оптическая заслонка камеры; 9 — шпиндель с объективами и индентором; 10 — рукоятка перемещения стола по оси X; 11 — стол; 12 — рукоятка фокусировки

Передняя панель управления микротвердомером приведена на рис. 5.4, а микрофотография отпечатка пирамидки Виккерса (нагрузка 0,5 кгс) на поверхности стали марки 20Х13 — на рис. 5.5.

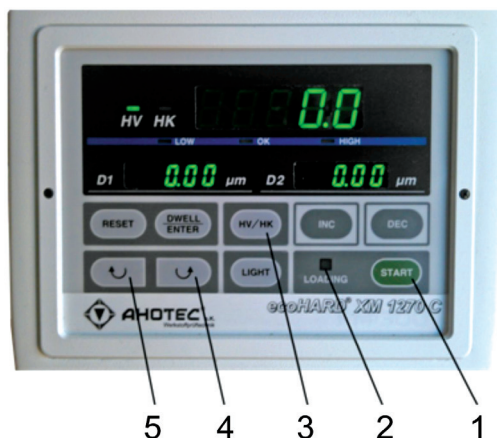


Рис. 5.4. Панель управления микротвердомером ecoHARD XM1270C:  
1 — кнопка запуска процесса внедрения индентора; 2 — индикатор процесса внедрения индентора; 3 — кнопка смены режима измерения; 4, 5 — кнопки поворота шпинделя на одну позицию против и по часовой стрелке

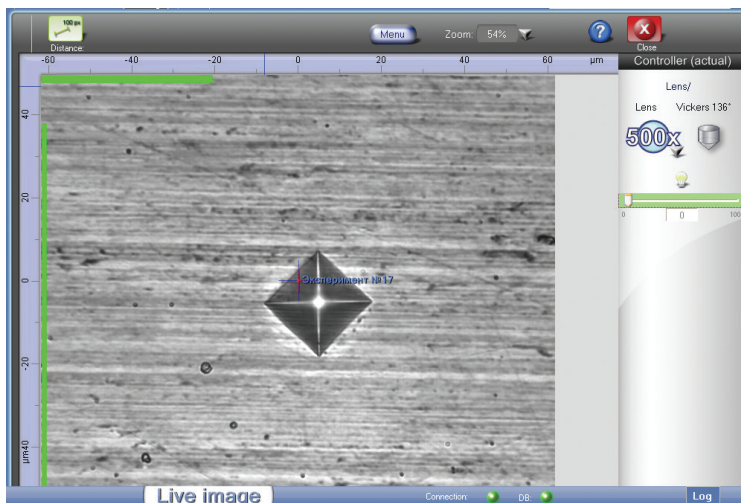


Рис. 5.5. Пример изображения отпечатка пирамиды Виккерса на поверхности стали после точения при нагрузке 0,5 кгс и увеличении x500

При измерении микротвердости можно столкнуться с тем, что существует зависимость измеренной величины от нагрузки на индентор  $F$ . Пример такой нагрузочной зависимости экстраемальной формы [2] приведен на рис. 5.6.

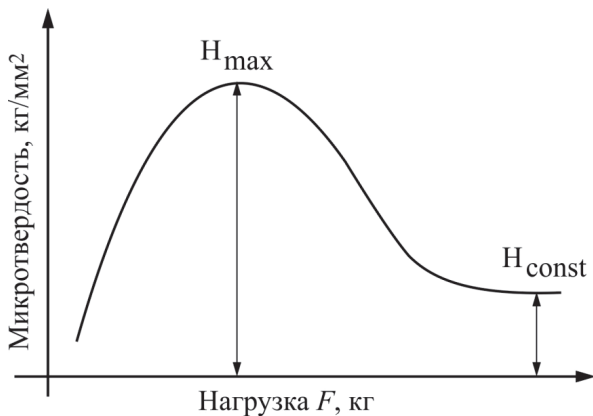


Рис. 5.6. Зависимость микротвердости от нагрузки на индентор

Зависимость микротвердости от нагрузки на индентор возникает вследствие изменения свойств материал по глубине и может стать причиной погрешности оценки микротвердости при сравнении результатов измерений между собой. По этой причине необходимо предварительно проверять, на каком участке этой зависимости выполняются измерения.

Пример измерения микротвердости HV материала тонкого поверхностного слоя термоупрочненной стали марки 20X (HRC 65) после термической обработки (цементация, закалка, отпуск), чистового точения ( $f_t = 0,06$  мм/об;  $v_t = 1,3$  м/с) и наноструктурирующего выглаживания ( $F_b = 200$  Н;  $\mu = 0,34$ ,  $f_b = 0,04$  мм/об;  $n_p = 4$ ;  $v_b = 0,16$  м/с) при различных нагрузках индентирования [3] приведен на рис. 5.7. Пример измерения микротвердости при нагрузке 0,25 Н по глубине наноструктурированного поверхностного слоя стали марки 20X (HRC 65) приведен на рис. 5.8.

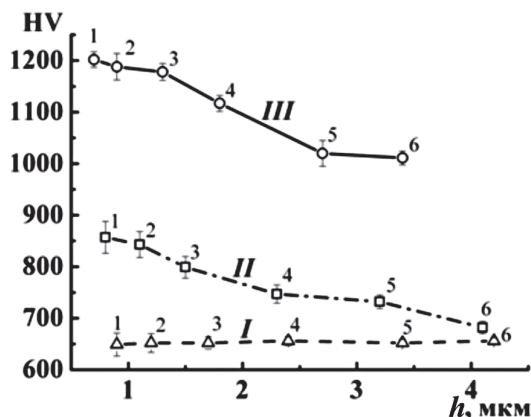


Рис. 5.7. Изменение микротвердости HV по глубине наноструктурированного слоя стали марки 20X (HRC 55):

*I* — исходное состояние после термической обработки; *II* — после чистового точения; *III* — после наноструктурирующего выглаживания. Цифры 1; 2; 3; 4; 5; 6 на графиках соответствуют нагрузкам микроиндентирования 0,15; 0,25; 0,49; 0,98; 1,96; 2,94 Н

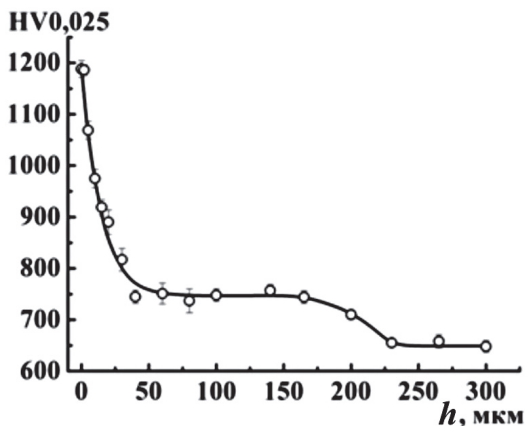


Рис. 5.8. Изменение микротвердости HV<sub>0,025</sub> по глубине наноструктурированного слоя цементованной стали марки 20X (HRC 55)

## 5.2. Инструментальное индентирование

Под инструментальным индентированием понимается процесс, управляемый специальной испытательной установкой, при котором происходит непрерывное внедрение наконечника (алмазная пирамида Берковича, Виккерса, твердосплавный шарик и т. д.) в испытуемый образец под действием плавно возрастающей нагрузки с последующим ее снятием и регистрацией зависимости перемещения наконечника от нагрузки [4].

Твердость обычно определяют как сопротивление материала вдавливанию другого более твердого материала. Результаты, полученные при определении твердости по Роквеллу, Виккерсу и Бринеллю, определяют после снятия испытательной нагрузки. Поэтому влияние упругой деформации материала под воздействием наконечника (индентора) не учитывается.

Прослеживая полный цикл нагружения и снятия испытательной нагрузки, можно определить значения твердости, эквивалентные значениям, измеренным классическими методами измерения твердости. Кроме того, этот метод позволяет определить дополнительные свойства материала, такие как его модуль упругости индентирования и упругопластическую твердость. Эти значения можно установить без оптического измерения отпечатка.

ГОСТ Р 8.748–2011 предусматривает применение следующих основных параметров и их обозначений (табл. 5.1).

Таблица 5.1

**Обозначения основных параметров измерения микротвердости**

Обозначение	Наименование	Ед. измерения
$\alpha$	Угол при вершине наконечника	°
$r$	Радиус сферического наконечника	мм

Окончание табл. 5.1

Обозначение	Наименование	Ед. измерения
$F$	Испытательная нагрузка	Н
$F_{\max}$	Максимальная испытательная нагрузка	Н
$h$	Глубина индентирования под действием испытательной нагрузки	мм
$h_{\max}$	Максимальная глубина индентирования при $F_{\max}$	мм
$h_r$	Точка пересечения касательной к кривой 2 при $F_{\max}$ с осью перемещений (рис. 5.9)	мм
$h_p$	Остаточная глубина отпечатка после снятия испытательной нагрузки	мм
$h_c$	Глубина погружения наконечника в испытательный образец при $F_{\max}$	мм
$A_s(h)$	Площадь поперечного сечения наконечника на расстоянии $h$ от вершины	мм <sup>2</sup>
$A_p(h_c)$	Площадь поперечного сечения наконечника на расстоянии $h_c$ от вершины	мм <sup>2</sup>
НМ	Твердость по шкале Мартенса	—
$E_{IT}$	Модуль упругости при индентировании	Н/мм <sup>2</sup>
$C_{IT}$	Ползучесть при индентировании	%
$R_{IT}$	Релаксация при индентировании	%
$W_{\text{total}}$	Полная механическая работа при индентировании	Н·м
$W_{\text{elast}}$	Работа упругой деформации при индентировании	Н·м
$\eta_{IT}$	Отношение $W_{\text{elast}}/W_{\text{total}}$	%
НМ <sub>s</sub>	Твердость по шкале Мартенса, определяемая по наклону кривой нагружения на $F$ - $h$ диаграмме	—
Н <sub>IT</sub>	Твердость индентирования	—

Метод испытаний инструментальным индентированием для определения твердости и других характеристик материала

лов определен ГОСТ Р 8.748–2011 и устанавливает три диапазона нагрузок  $F$  и глубины индентирования  $h$ :

- 1) макродиапазон  $2 \text{ Н} \leq F \leq 30 \text{ кН}$  ;
- 2) микродиапазон  $F < 2 \text{ Н}$ ;  $h > 0,2 \text{ мкм}$ ;
- 3) нанодиапазон  $h \leq 0,2 \text{ мкм}$ .

Инструментальный метод индентирования может также применяться для оценки твердости тонких металлических покрытий и неметаллических материалов.

Непрерывное измерение значений нагрузки и глубины индентирования позволяет определить твердость и свойства материала. Материал наконечника при инструментальном индентировании должен быть более твердым, чем испытуемый материал. Применяются следующие виды наконечников:

- 1) алмазный наконечник в форме правильной четырехгранной пирамиды с углом  $\alpha = 136^\circ$  между противоположными гранями при вершине (алмазный наконечник Виккерса, рис. 5.9, а);
- 2) алмазная пирамида с треугольным основанием (например, пирамида Берковича, рис. 5.9, б);
- 3) шарик из твердого сплава (особенно для исследования свойств материалов в упругой области);
- 4) алмазный сферический наконечник.

ГОСТ Р 8.748–2011 не исключает использования наконечников другой формы, однако эту форму необходимо учитывать при интерпретации результатов, полученных с помощью таких наконечников. Можно использовать другие материалы наконечника, например, сапфир.

Следует отметить, что из-за кристаллической структуры алмаза, сферические наконечники не обладают идеальной сферической формой и зачастую являются многогранниками.

Методика измерений при инструментальном индентировании может быть реализована двумя способами:

- 1) задавая нагрузку, измеряют вызываемое ею перемещение наконечника;



- 2) задавая перемещение наконечника, измеряют вызывающую это перемещение нагрузку.

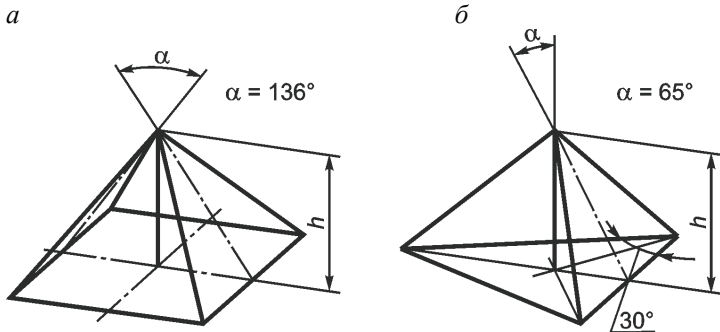


Рис. 5.9. Форма наконечников для определения твердости

Значения испытательной нагрузки  $F$  и соответствующей глубины индентирования  $h$  фиксируют в течение всего измерения. В результате получают данные по прикладываемой нагрузке и соответствующей глубине индентирования как функции времени (рис. 5.10–5.11) и  $F$ - $h$  диаграмму (рис. 5.12).

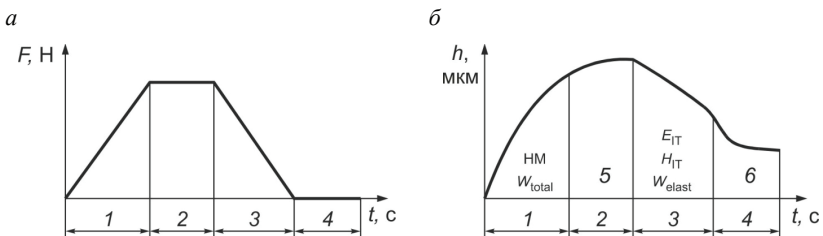


Рис. 5.10. Схема приложения испытательной нагрузки (а) и соответствующая ей глубина внедрения индентора (б):

- 1 — приложение испытательной нагрузки; 2 — максимальная испытательная нагрузка; 3 — снятие испытательной нагрузки; 4 — испытательная нагрузка равна нулю; 5 — ползучесть при индентировании; 6 — восстановление при нулевой испытательной нагрузке

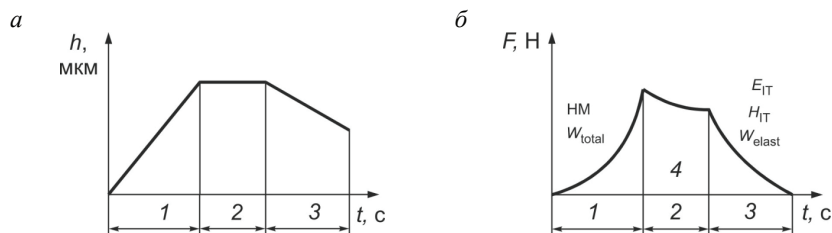


Рис. 5.11. Схема приложения глубины индентирования (а) и соответствующая ей нагрузка на индентор (б):

1 — приложение глубины индентирования; 2 — максимальная глубина индентирования; 3 — уменьшение глубины индентирования; 4 — релаксация при максимальной глубине индентирования

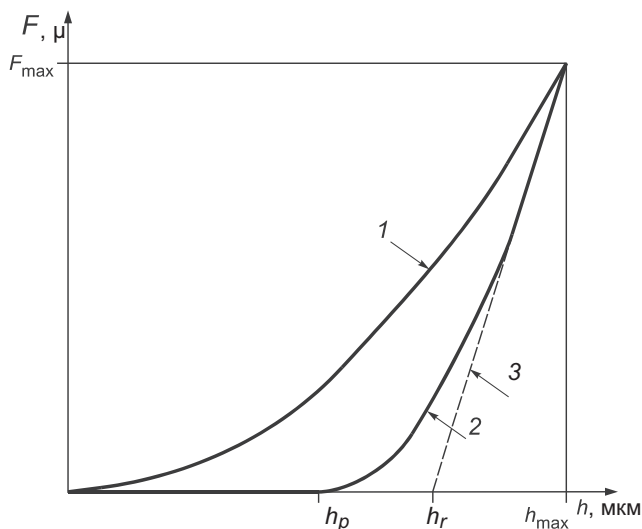


Рис. 5.12. Зависимость нагрузки от глубины индентирования ( $F$ - $h$  диаграмма):

1 — кривая, соответствующая увеличению испытательной нагрузки (нагружение); 2 — кривая, соответствующая уменьшению испытательной нагрузки (разгрузка); 3 — касательная к кривой 2 при  $F_{\max}$

### Определение твердости НМ по шкалам Мартенса

Твердость по шкалам Мартенса измеряют под приложенной испытательной нагрузкой. Числа твердости по шкалам Мартенса определяют по  $F-h$  диаграмме во время роста испытательной нагрузки (желательно после достижения заданного испытательного усилия). При измерении твердости по шкалам Мартенса учитывают и пластическую, и упругую деформации, так что данное значение твердости можно вычислить для всех материалов.

Твердость по шкалам Мартенса определяют для обоих пирамидальных наконечников, показанных на рис. 5.9. Ее не определяют для наконечника Кнупа или для шариковых наконечников.

При вычислении твердости по шкалам Мартенса, приложенную нагрузку  $F$  делят на функцию площади поверхности  $A_s(h)$  рабочей части наконечника.

При измерении твердости алмазным наконечником Виккерса

$$\text{НМ} = \frac{F}{A_s(h)} = \frac{F}{26,43h^2}. \quad (5.5)$$

При измерении твердости алмазным наконечником Берковича

$$\text{НМ} = \frac{F}{A_s(h)} = \frac{F}{26,44h^2}. \quad (5.6)$$

Для глубины индентирования менее 6 мкм нельзя использовать теоретические функции (5.5) и (5.6), определяющие площадь сечения наконечника, поскольку все упомянутые наконечники имеют некоторую закругленность вершины, а наконечники со сферическим концом (сферические и конические) имеют отклонение от сферичности. Знание точной функции, определяющей площадь поперечного сечения данного наконечника, особенно важно для глубины индентирования менее 6 мкм и подходит для всех значений глубины.

Для глубины индентирования менее 6 мкм необходимо использовать реальную функцию площади наконечника  $A_s(h)$  [5]. Для наконечника Виккерса

$$A_s(h) = \frac{4 \sin\left(\frac{\alpha}{2}\right)}{\cos^2\left(\frac{\alpha}{2}\right)} h^2$$

для наконечника Берковича

$$A_s(h) = \frac{3 \cdot \sqrt{3} \tan(\alpha)}{\cos(\alpha)} h^2.$$

Для обеспечения измерений значений твердости рекомендуется использовать испытательные нагрузки 1; 2,5; 5 и 10 Н и их десятичные кратные единицы. В отдельных случаях может быть полезным удерживать заданную испытательную нагрузку дольше установленного временного интервала. Длительность выдержки под нагрузкой должна фиксироваться с точностью 0,5 с. На рис. 5.13 дана область применения шкал твердости Мартенса.

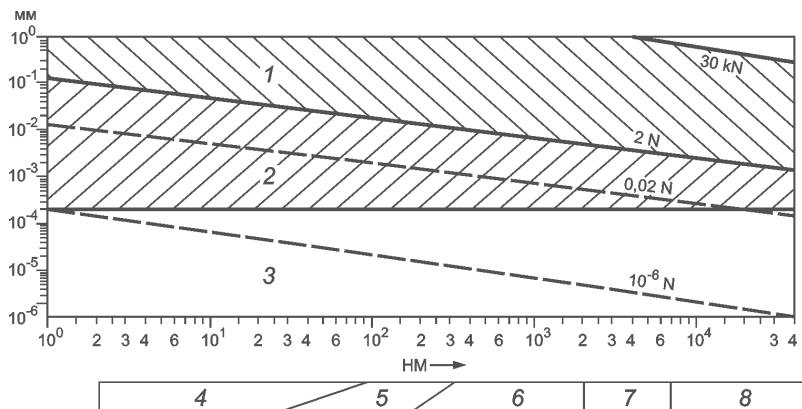


Рис. 5.13. Соотношение между твердостью по шкалам Мартенса, глубиной индентирования и испытательной нагрузкой:

1 — макродиапазон; 2 — микродиапазон; 3 — нанодиапазон; 4 — резина;  
5 — пластмасса; 6 — цветные металлы; 7 — сталь;  
8 — твердые сплавы, керамика

Обозначение твердости НМ по шкалам Мартенса по ГОСТ Р 8.748—2011 приведено на рис. 5.14.

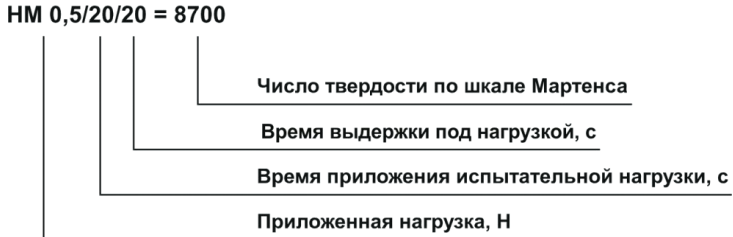


Рис. 5.14. Обозначение твердости НМ по шкалам Мартенса

### Определение твердости НМ<sub>s</sub> по шкалам Мартенса

Твердость по шкалам Мартенса, определяемая по наклону кривой нагружения на  $F-h$  диаграмме, обозначается как НМ<sub>s</sub>.

Метод определения твердости по шкалам Мартенса, вычисляемой по наклону кривой нагружения на  $F-h$  диаграмме, не нуждается в определении нулевой точки для однородных материалов.

Для однородных материалов (размеры неоднородностей в районе поверхности невелики относительно глубины индентирования) действительно следующее уравнение (по крайней мере на участке 50...90 %  $F_{\max}$ ) для кривой нагружения на  $F-h$  диаграмме

$$h = m\sqrt{F} . \quad (5.7)$$

Наклон  $m$  можно определить путем линейной регрессии результатов измерений в соответствии с уравнением (5.7). В этом случае можно определить твердость с помощью следующей модификации метода, по наклону кривой нагружения на  $F-h$  диаграмме,

$$HM_s = \frac{1}{m^2 A_s(h) / h^2} ,$$

где  $\frac{A_s(h)}{h^2} = 26,43$  для наконечника Виккерса;  $\frac{A_s(h)}{h^2} = 26,44$  для наконечника Берковича.

Обозначение чисел твердости  $HM_s$  по шкалам Мартенса по ГОСТ Р 8.748–2011 приведено на рис. 5.15.

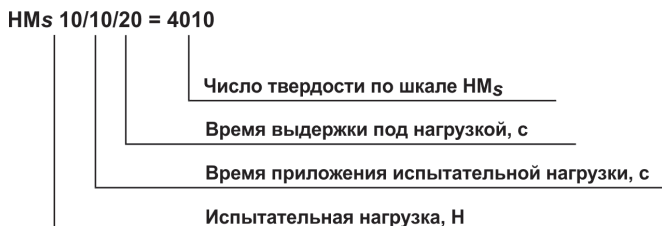


Рис. 5.15. Обозначение чисел твердости  $HM_s$  по шкалам Мартенса

Преимущество определения твердости по шкалам Мартенса по наклону кривой возрастания нагрузки на  $F$ - $h$  диаграмме заключается в независимости полученного значения твердости от неопределенности, связанной с нахождением нулевой точки и шероховатости образца. Вибрации также мало влияют на результаты определения твердости по шкале. Для образцов, обладающих разной твердостью на разной глубине индентирования, значения твердости  $HM_s$  будут отличаться от значений  $HM$ , определенных по формуле (5.1). В отличие от твердости по шкалам Бринелля, Роквелла, Виккерса и Мартенса  $HM$ , твердость  $HM_s$  включает в себя не только сопротивление пластической деформации, но и сопротивление упругой деформации.

### Определение твердости индентирования $H_{IT}$

Твердость индентирования  $H_{IT}$  является характеристикой сопротивления постоянной деформации или разрушения образца

$$H_{IT} = \frac{F_{\max}}{A_p}, \quad (5.8)$$

где  $F_{\max}$  — максимальная приложенная нагрузка;  $A_p$  — площадь поперечного сечения контактной поверхности между наконечником и испытуемым образцом, определяемая по кривой возрастания нагрузки на  $F$ - $h$  диаграмме и функции площади наконечника.

Уравнение (5.8) определяет твердость как отношение максимальной приложенной нагрузки к площади поперечного сечения контактной поверхности между наконечником и испытуемым образцом, что соответствует определению, предложенному Мейером [6].

Для глубины индентирования менее 6 мкм нельзя использовать теоретическую функцию (5.6), определяющую площадь сечения наконечника, поскольку все упомянутые наконечники имеют некоторую закругленность вершины, а наконечники со сферическим концом (сферические и конические) имеют отклонение от сферичности. Знание точной функции, определяющей площадь поперечного сечения данного наконечника, особенно важно для глубины индентирования менее 6 мкм и подходит для всех значений глубины [7].

Функция площади наконечника обычно выражается как математическая функция зависимости площади поперечного сечения наконечника от расстояния до его вершины. Если функцию площади невозможно выразить относительно простой (кубической или полиномиальной) функцией, то ее нужно определить графически или с помощью справочной таблицы. В качестве альтернативы можно использовать другую математическую функцию или принятую сплайновую функцию, чтобы описать различные части наконечника.

Для глубины индентирования более 6 мкм первое приближение площади  $A_p$  определяется из теоретической формы наконечника:

- 1) для идеального наконечника Виккерса и модифицированного наконечника Берковича [7]

$$A_p = 24,5h_c^2;$$

- 2) для идеального наконечника Берковича

$$A_p = 23,96h_c^2,$$

где  $h_c$  — глубина контакта наконечника с испытуемым образцом, вычисленная следующим образом:

$$h_c = h_{\max} - \varepsilon(h_{\max} - h_r).$$

На рис. 5.16 схематически показано продольное сечение зоны индентирования во время эксперимента.

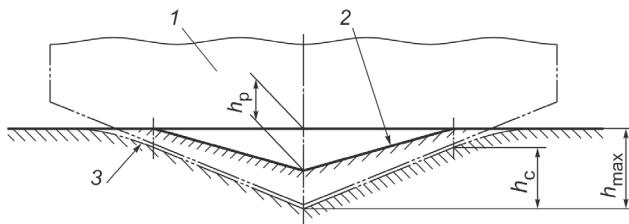


Рис. 5.16. Схема продольного сечения зоны индентирования:

1 — наконечник; 2 — поверхность отпечатка в испытательном образце после полной разгрузки; 3 — поверхность соприкосновения испытуемого образца с наконечником при максимальных глубине индентирования и испытательной нагрузке

Теоретическая основа метода определения глубины контакта дана в источнике [8]. Глубину контакта оценивают по кривой разгрузки на  $F$ - $h$  диаграмме с помощью касательной к кривой в точке  $h_r$  и максимального смещения  $h_{\max}$ , с поправкой на упругое смещение поверхности в соответствии с анализом Снеддона [9], где поправочный коэффициент  $\varepsilon$  зависит от геометрии наконечника:

цилиндрический с плоским торцом.....	1
конический.....	$2(\pi - 2) / \pi = 0,73$
параболоид вращения (в т. ч. сферический) .....	$3/4$
Беркович, Виккерс.....	$3/4$

Из  $F$ - $h$  диаграммы получаем  $h_r$  — это пересечение касательной к кривой разгрузки при  $F_{\max}$  с осью перемещений. Для определения  $h_r$  могут использоваться различные методы, которые можно описать двумя способами:



- 1) методом на основе линейной экстраполяции [10]. Предполагается линейность начальной части кривой разгрузки на  $F-h$  диаграмме, и эта линейная часть просто экстраполируется до пересечения с осью перемещений. Данный метод может быть хорошей аппроксимацией для пластичных материалов (например, алюминия, вольфрама);
- 2) методом на основе степенной зависимости [8]. В этом методе предполагается, что начальная часть кривой разгрузки нелинейна и может описываться простой степенной зависимостью

$$F = K(h - h_p)^m,$$

где  $K$  — постоянная;  $m$  — показатель степени, зависящий от геометрии наконечника.

Как правило, для регрессионной процедуры берут значения испытательной нагрузки больше 80 % максимального значения, доля от максимального значения нагрузки может меняться с учетом качества кривой разгрузки. Если нужно использовать для регрессии данные кривой снятия нагрузки до 50 % или меньше, то эксперимент с индентированием нужно рассматривать как неоднозначный и определиться с его интерпретацией. Касательную находят дифференцированием кривой разгрузки на  $F-h$  диаграмме при  $F_{\max}$ . Пересечение этой касательной с осью перемещений дает  $h_p$ .

Обозначение твердости индентирования  $H_{IT}$  по ГОСТ Р 8.748–2011 приведено на рис. 5.17.

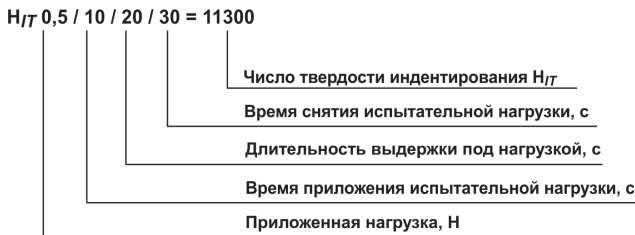


Рис. 5.17. Обозначение твердости индентирования  $H_{IT}$

### Корреляция твердости $H_{IT}$ с твердостью по шкалам Виккерса

Твердость  $H_{IT}$  можно коррелировать с твердостью по Виккерсу HV для широкого спектра материалов с помощью подходящего коэффициента. Однако эквивалентное значение HV, вычисленное таким способом, нельзя использовать в качестве точной замены для HV.

Можно ввести простую функцию для наконечника Виккерса с идеальной геометрией или для наконечника Виккерса с обычной геометрией, когда его функция площади известна. В этом случае значения твердости  $H_{IT}$  связаны со значениями твердости по Виккерсу HV масштабным коэффициентом. Отношение площади поперечного сечения к площади поверхности постоянно на любом расстоянии от вершины наконечника Виккерса с идеальной геометрией.

$$\frac{A_p}{A_s} = \frac{24,5}{26,43} = 0,927.$$

Длина диагонали при измерениях твердости по Виккерсу связана с  $A_p$  соотношением

$$d^2 = 2A_p; HV = \frac{FA_p}{A_p A_s g}.$$

Таким образом,

$$HV = \frac{H_{IT} A_p}{A_s g} = 0,0945 H_{IT},$$

где  $g$  — гравитационная постоянная, обычно принимаемая равной  $9,80665 \text{ м/с}^2$ .

Для наконечника Берковича существуют следующие соотношения:

$$\frac{A_p}{A_s} = \frac{23,97}{26,43} = 0,9069; HV = \frac{H_{IT} A_p}{g A_s} = 0,0925 H_{IT}. \quad (5.9)$$

Для модифицированного наконечника Берковича существуют следующие соотношения:

$$\frac{A_p}{A_s} = \frac{24,5}{26,97} = 0,9084; \quad HV = \frac{H_{IT} A_p}{g A_s} = 0,0921 H_{IT}. \quad (5.10)$$

Отметим, что в общем случае при малых значениях глубины индентирования (менее 6 мкм) нельзя считать, что наконечник имеет совершенную геометрию, поэтому простые корреляционные функции (5.8)–(5.10) могут быть неверными. В общем случае ошибка, вызванная таким допущением, будет наиболее существенной при небольшой глубине индентирования.

### Определение модуля упругости $E_{IT}$

Модуль упругости  $E_{IT}$  можно вычислить по наклону касательной к кривой разгрузки на  $F$ - $h$  диаграмме. Его значение близко к значению модуля Юнга материала (модуля продольной упругости). Однако если на образце присутствуют наплывы или впадины, может возникнуть значительная разница между модулем  $E_{IT}$  и модулем Юнга.

Значение модуля  $E_{IT}$  следует вычислять по формуле

$$E_{IT} = \frac{1 - (v_s)^2}{\frac{1}{E_r} - \frac{1 - (v_i)^2}{E_i}},$$

где  $v_s$  — коэффициент Пуассона материала испытуемого образца;  $v_i$  — коэффициент Пуассона материала наконечника (для алмаза 0,07) [11];  $E_r$  — приведенный модуль упругости в области индентирования;  $E_i$  — модуль упругости наконечника (для алмаза  $1,14 \cdot 10^6$  Н/мм<sup>2</sup>) [11].

Приведенный модуль упругости в области индентирования вычисляется по формуле

$$E_r = \frac{\sqrt{\pi}}{2C\sqrt{A_p}},$$

где  $C$  — податливость в месте контакта, т. е.  $C = dh/dF$ , определенная по кривой снятия нагрузки при максимальной нагрузке

(величина обратная контактной жесткости);  $A_p$  — площадь поперечного сечения контактной поверхности между наконечником и испытуемым образцом, определяемая по кривой нагружения на  $F-h$  диаграмме и функции площади наконечника [7].

Для  $h > 6$  мкм верно следующее:

- 1) для наконечника Виккерса и модифицированного наконечника Берковича  $\sqrt{A_p} = 4,950h_c$ ;
- 2) для наконечника Берковича  $\sqrt{A_p} = 4,896h_c$ .

Соотношение для  $E_r$  написано на основании предположения, что площадь контакта симметрична относительно оси наконечника. В работе [12] предлагается поправка для пирамидальных наконечников. Для некоторых материалов имеется корреляция  $E_{IT}$  с табличными значениями модуля Юнга для металлов и металлических сплавов [13–14].

Обозначение модуля упругости  $E_{IT}$  по ГОСТ Р 8.748–2011 приведено на рис. 5.18.

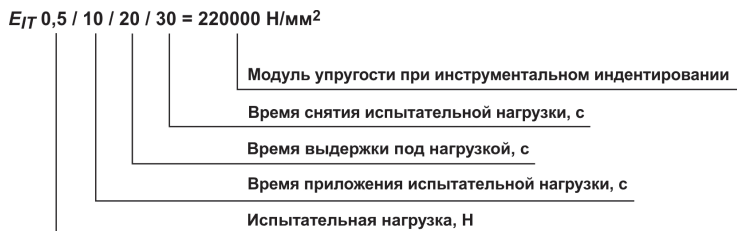


Рис. 5.18. Обозначение модуля упругости  $E_{IT}$

### Определение ползучести материала $C_{IT}$

Если глубина индентирования измеряется при постоянной испытательной нагрузке, можно вычислить относительное изменение глубины индентирования. Это значение называется ползучестью материала (рис. 5.19), и его вычисляют по формуле

$$C_{IT} = \frac{h_2 - h_1}{h_1} \cdot 100 \%,$$

где  $h_2$  — глубина индентирования в момент  $t_2$  после выдержки под нагрузкой, мм;  $h_1$  — глубина индентирования при достижении испытательной нагрузки, поддерживаемой постоянной с момента  $t_1$ , мм.

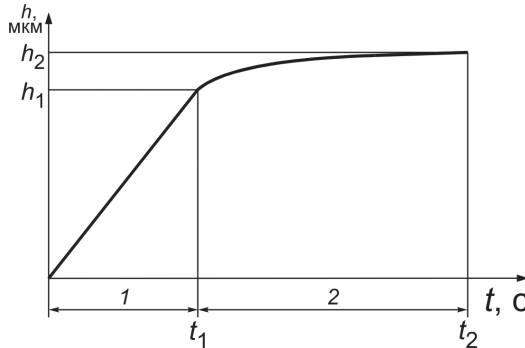


Рис. 5.19. Ползучесть при индентировании:

1 — увеличение испытательной нагрузки; 2 — выдержка под нагрузкой  $t_1 \dots t_2$

Следует учитывать, что сильное влияние на полученное значение ползучести может оказывать тепловой дрейф.

Обозначение ползучести материала  $C_{IT}$  по ГОСТ Р 8.748—2011 приведено на рис. 5.20.

$$C_{IT} 0,5 / 10 / 50 = 2,5 \%$$

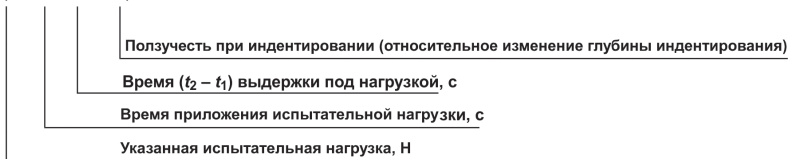


Рис. 5.20. Обозначение ползучести материала  $C_{IT}$

### Определение релаксации $R_{IT}$

Если изменение прикладываемой нагрузки измеряют при постоянной глубине индентирования, можно вычислить отно-

сительное изменение испытательной нагрузки. Это называется релаксацией материала (рис. 5.21) и вычисляется по формуле

$$R_{IT} = \frac{F_1 - F_2}{F_1} \cdot 100\%,$$

где  $F_1$  — нагрузка при достижении заданной и поддерживаемой постоянной глубины индентирования, Н;  $F_2$  — нагрузка, при которой глубина индентирования поддерживается постоянной, Н.

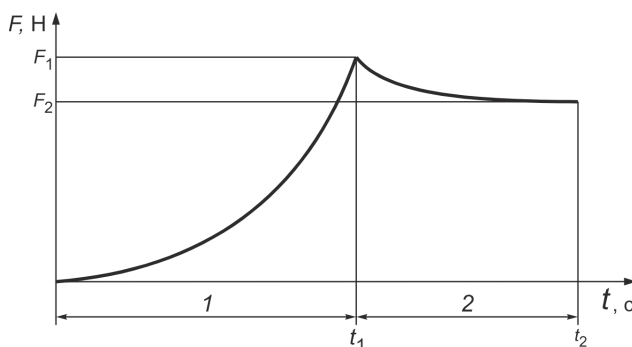


Рис. 5.21. Динамика релаксации при индентировании:

1 — рост глубины индентирования от нуля до заданного значения; 2 — глубина индентирования постоянная в интервале времени  $t_1 \dots t_2$

Обозначение релаксации по ГОСТ Р 8.748–2011 приведено на рис. 5.22.

$$R_{IT} \ 3 / 10 / 50 = 0,01 \ %$$

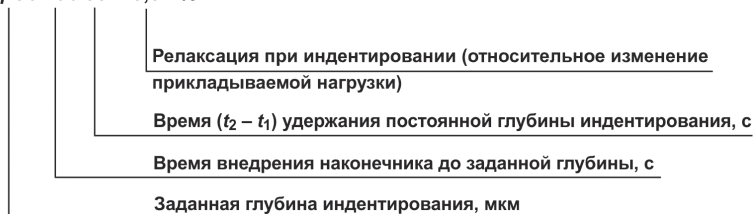


Рис. 5.22. Обозначение релаксации  $R_{IT}$

### Определение пластической и упругой составляющих работы

Механическая работа  $W_{\text{total}}$ , совершенная при индентировании, лишь отчасти тратится на пластическую деформацию  $W_{\text{plast}}$ . При снятии приложенной нагрузки, часть работы (работа упругой деформации  $W_{\text{elast}}$ ) освобождается. В соответствии с определением механической работы как  $W = \int Fdh$ , обе составляющие механической работы представлены разными областями на рис. 5.23.

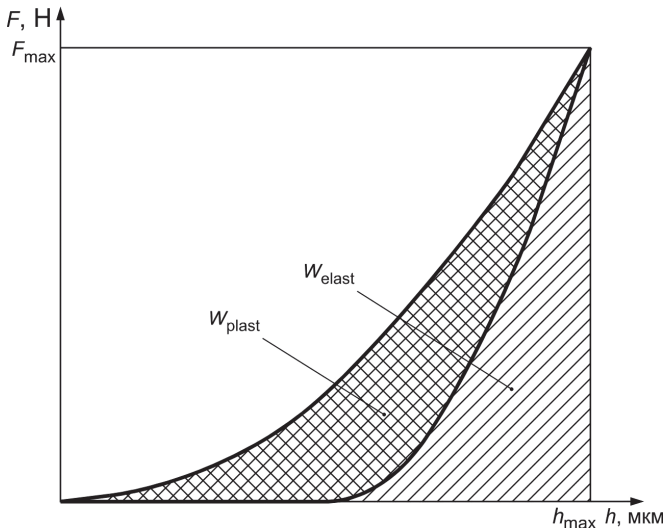


Рис. 5.23. Пластическая и упругая составляющие работы по индентированию

Соотношение (5.11) содержит информацию, характеризующую испытуемый образец,

$$\eta_{IT} = \frac{W_{\text{elast}}}{W_{\text{total}}}, \quad (5.11)$$

где  $W_{\text{total}} = W_{\text{elast}} + W_{\text{plast}}$ .

Пластическая составляющая будет

$$(1 - \eta_{IT}) \cdot 100 \%.$$

Обозначение упругой составляющей работы по ГОСТ Р 8.748–2011 приведено на рис. 5.24.

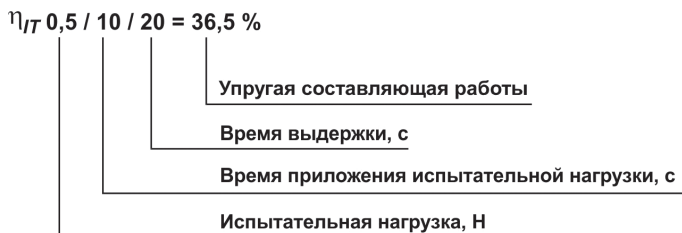


Рис. 5.24. Обозначение упругой составляющей работы  $\eta_{IT}$

### Влияние шероховатости поверхности испытуемого образца

Шероховатость поверхности — причина неопределенности зоны контакта при очень небольшой глубине индентирования. При более глубоком индентировании, неопределенность зоны контакта снижается; по большей мере неопределенность глубины индентирования пропорциональна среднему арифметическому значению неровности профиля поверхности.

Для ограничения вклада шероховатости поверхности в неопределенность результата измерения глубины индентирования (не более 5 %),  $h$  должна соответственно быть больше, как минимум в 20 раз, средней арифметической шероховатости  $Ra$  (ГОСТ 25142–82):

$$h > 20 Ra. \quad (5.12)$$

В табл. 5.2 представлены примеры шероховатости поверхности для различных материалов при разных приложенных нагрузках при испытаниях с помощью наконечников Виккерса.



Таблица 5.2

**Примеры максимальной допустимой средней арифметической высоты шероховатости поверхности  $Ra$  для различных испытательных нагрузок**

Примеры материалов	Допустимая средняя арифметическая высота неровностей поверхности $Ra$ , мкм, для испытательных нагрузок			Твердость по Мартенсу НМ
	0,1 Н	2 Н	100 Н	
Алюминий	0,13	0,55	4,00	600
Сталь	0,08	0,30	2,20	2000
Твердый сплав	0,03	0,10	0,80	15 000

Испытания [15] показывают, что стандартное отклонение  $s_h$  глубины индентирования примерно равно средней арифметической шероховатости  $Ra$ . Требование, чтобы неопределенность  $h$  была менее 5 %, позволяет оценить минимальную глубину индентирования.

Для испытаний на нано- и нижнем пределе микродиапазона иногда невозможно выполнить условия формулы (5.12) для испытательных образцов высокой твердости. Для снижения неопределенности среднего значения результата измерения можно увеличить число измерений. Это следует указать в протоколе измерений. В нано- и микродиапазонах рекомендуется измерять шероховатость поверхности в предполагаемой зоне контакта, или эта зона должна быть исследована любыми другими доступными средствами. Во многих случаях шероховатость поверхности может измеряться путем сравнения с мерами шероховатости. В макродиапазоне достаточно визуальной проверки, определяющей гладкость полированной, или «зеркальной» обработки поверхности.

#### **Пример результатов исследования материала поверхностного слоя при помощи кинетического микроиндентирования**

Кинетическое микроиндентирование образцов возможно проводить на измерительной системе Fischerscope HM2000 XYm

(рис. 5.25) с использованием индентора Виккерса и программного обеспечения WIN-HCU. Калибровку прибора осуществляют на калибровочной пластине типа ВК7.



Рис. 5.25. Инструментированный микротвердомер для кинетического индентирования Fisherscope 2000 (с записью диаграммы нагружения)

Измерительная система позволяет определять твердость по Мартенсу НМ, твердость вдавливания  $H_{IT}$ , твердость по Виккерсу НV, модуль упругости при вдавливании  $E_{IT}/(1 - \nu_s^2)$ , общую механическую работу вдавливания  $W_{total}$ , работу упругой деформации  $W_{elast}$ , максимальную глубину вдавливания индентора  $h_{max}$ .

Пример результатов кинетического индентирования образца из цементованной стали марки 20Х после точения (Т) и наноструктурирующего выглаживания (НСВ) приведен в табл. 5.3.

На рис. 5.26 приведены результаты исследования твердости индентирования  $H_{IT}$  и модуля упругости при индентировании  $E_{IT}$  по глубине поверхностного слоя. Результаты представлены в виде отношений  $H_{IT}/E_{IT}$  и  $H_{IT}^3/E_{IT}^2$ . Отношение  $H_{IT}/E_{IT}$  харак-

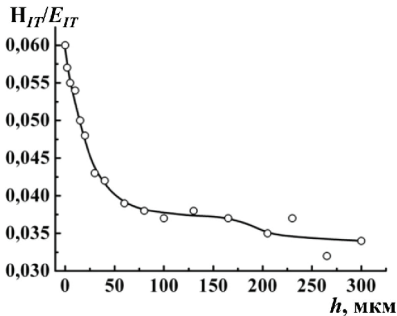
теризует сопротивление поверхностного слоя упругой деформации,  $H_{IT}^3/E_{IT}^2$  — сопротивление пластической деформации.

Таблица 5.3

**Результаты кинетического микроиндентирования поверхностного слоя стали марки 20X**

Состояние образца	$h_{max}$ , мкм	$h_p$ , мкм	НМ, ГПа	$H_{IT}$ , ГПа	$E_{IT}$ , ГПа	$W_{elast}$ , $10^{-3}$ мкДж	$W_{total}$ , $10^{-3}$ мкДж
Т	1,27 ( $\pm 0,01$ )	0,97 ( $\pm 0,01$ )	5,74 ( $\pm 0,04$ )	8,03 ( $\pm 0,06$ )	225 ( $\pm 2$ )	28,1 ( $\pm 0,2$ )	105 ( $\pm 1$ )
НСВ	1,08 ( $\pm 0,01$ )	0,64 ( $\pm 0,04$ )	8,10 ( $\pm 0,17$ )	13,08 ( $\pm 0,3$ )	218 ( $\pm 4$ )	37,9 ( $\pm 0,6$ )	89 ( $\pm 2$ )

а



б

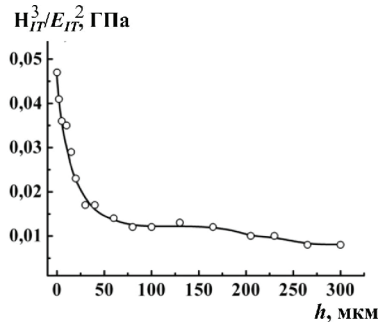


Рис. 5.26. Изменение удельной контактной твердости  $H_{IT}/E_{IT}$  (а) и отношения  $H_{IT}^3/E_{IT}^2$  (б) по глубине упрочненного слоя  $h$  цементованной стали марки 20X (HRC 55) после наноструктурирующего выглаживания

Как следует из графиков, параметры  $H_{IT}/E_{IT}$  и  $H_{IT}^3/E_{IT}^2$  принимают максимальные значения непосредственно на поверхности упрочненной наноструктурирующим выглаживанием детали. Это связано главным образом с повышением твердости индентирования  $H_{IT}$  при наноструктурирующем выглаживании, поскольку модуль упругости при индентировании  $E_{IT}$  уменьшается несущественно.

Результаты кинетического микроиндентирования поверхностного слоя стали марки 20X13 в исходном состоянии после точения (Т) и обработки наноструктурирующим выглаживанием (НСВ) приведены в табл. 5.4.

Таблица 5.4

**Результаты кинетического микроиндентирования поверхностного слоя стали марки 20X13 в исходном состоянии после чистового точения и наноструктурирующего выглаживания**

Состояние образца	$h_{\max}$ , МКМ	$h_p$ , МКМ	$H_{IT}$ , ГПа	$E_{IT}$ , ГПа	$R_c$ , % мкДж	$H_{IT}/E_{IT}$	$H_{IT}^3/E_{IT}^2$ , ГПа
Т	1,46 ( $\pm 0,04$ )	1,16 ( $\pm 0,05$ )	5,7 ( $\pm 0,3$ )	220 ( $\pm 4$ )	20,5	0,028	0,0047
НСВ	1,22 $\pm 0,04$	0,91 $\pm 0,05$	9,1 $\pm 0,6$	221 $\pm 5$	25,4	0,041	0,0156

На рис. 5.27 приведены графики распределения твердости индентирования  $H_{IT}$  и модуля упругости при индентировании  $E_{IT}$  по глубине поверхностного слоя закаленной стали марки 20X13 после наноструктурирующего выглаживания. Максимальная нагрузка микроиндентирования порядка 0,25 Н.

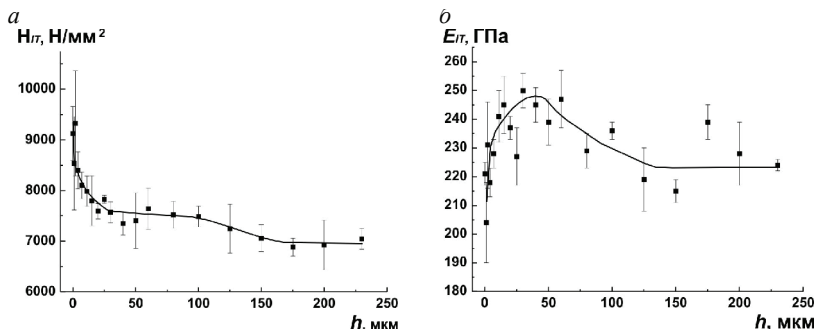


Рис. 5.27. Изменение твердости индентирования  $H_{IT}$  (а) и модуля упругости  $E_{IT}$  (б) по глубине поверхностного слоя закаленной стали марки 20X13 после наноструктурирующего выглаживания

На рис. 5.28 показаны диаграммы сопротивления упругим и пластическим деформациям поверхностного слоя закаленной стали марки 20Х13 после точения и наноструктурирующего выглаживания.

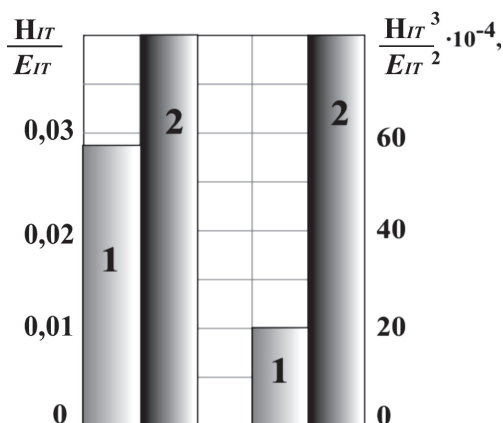


Рис. 5.28. Сопротивление поверхностного слоя упругим и пластическим деформациям после точения и наноструктурирующего выглаживания:

1 — точение; 2 — наноструктурирующее выглаживание

### 5.3. Измерительное царапание

Испытание на микротвердость царапанием в соответствии с ГОСТ 21318—75 заключается в нанесении на испытуемую поверхность канавки и дальнейшего измерения ее ширины.

В методах измерения микротвердости царапанием применяются, как правило, алмазные наконечники в виде треугольной или четырехугольной пирамиды. Численно микротвердость определяется путем деления нормальной нагрузки на условную площадь контакта пирамиды с испытуемой поверхностью:

- 1) для четырехгранной пирамиды

$$H_F = \frac{3,708F}{b^2};$$

- 1) для трехгранной пирамиды

$$H_F = \frac{3,138F}{b^2},$$

где  $F$  — нормальная нагрузка, Н (кгс);  $b$  — ширина канавки, мм.

Механизм образования канавок на испытываемой поверхности при царапании ребром состоит в пластическом деформировании материала преимущественно сдвигом в сторону (рис. 5.29) и смещением его в направлении от оси к краям канавки; при этом сопротивление царапанию связывается с микротвердостью, которая считается тем большей, чем меньше ширина (глубина) канавки.

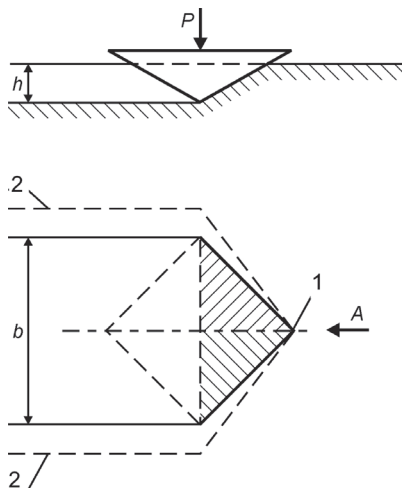


Рис. 5.29. Глубина ( $h$ ) и ширина ( $b$ ) канавки при измерении микротвердости царапанием:

1 — ребро пирамиды; 2 — наплыв

При царапании гранью, механизм образования канавок в начале процесса также состоит в пластическом деформировании, но со сдвигом вперед. В последующем, вследствие подрезания материала ребрами, на концах фронта сдвига создаются благоприятные условия для отделения сдвигового материала вверх — появляется стружка с дроблением и диспергированием.

Ценность методов определения микро- и нанотвердости поверхности заключается в возможности оценки твердости отдельных фаз и структурных составляющих, что очень важно при решении многих металловедческих и технологических задач.

При помощи испытаний на микротвердость можно оценить:

- 1) твердость отдельных структурных составляющих поверхности;
- 2) градиент микротвердости по толщине поверхностного слоя (в частности, после поверхностного упрочнения);
- 3) разброс значений микротвердости в материале (служит косвенной оценкой прочности микронеоднородности материала);
- 4) анизотропию прочностных свойств монокристаллов;
- 5) микронеоднородности пластической деформации по локальным объемам металла и сплава.

Измерение нанотвердости применяется в научных исследованиях при анализе различных наноразмерных образований и структур.

### *Контрольные вопросы*

1. Дайте определение понятиям «твердость» и «микротвердость».
2. Охарактеризуйте условия испытаний на микротвердость по Виккерсу и Кнупу.
3. Каковы нагрузки на индентор при измерении микротвердости?

4. Какова форма отпечатка индентора при измерении микротвердости, с чем связаны ее искажения?
5. Какие параметры отпечатка измеряются для определения микротвердости?
6. Каково соотношение между диагональю отпечатка и глубиной внедрения индентора?
7. Имеется ли взаимосвязь между значениями твердости и микротвердости материала?
8. К какому виду испытаний относят измерение микротвердости?
9. Какой индентор используют при микроиндентировании?
10. Какие задачи могут решаться с помощью измерения микротвердости?
11. В чем заключается различие между методами измерения твердости и микротвердости материала?
12. Объясните причину искажения формы отпечатка.
13. Какие механические характеристики металлических материалов можно оценить с помощью наноиндентометра?
14. Что является источниками погрешностей при измерении твердости, микро- и нанотвердости?
15. Что собой представляет метод склерометрии (царапания) и как рассчитываются механические свойства в рамках данного метода?
16. Назовите преимущества и недостатки методов измерения микро- и нанотвердости.
17. Какие свойства материала характеризует твердость, определенная методом инструментального индентирования?
18. Какие существуют методы расчета твердости и модуля Юнга по экспериментальным кривым внедрения индентора?
19. Каковы причины погрешностей измерения твердости и модуля упругости и способы их устранения?
20. С какой целью осуществляется выдержка индентора под нагрузкой при инструментальном индентировании?



21. Какое время выдержки под нагрузкой назначается при измерении твердости индентирования  $H_{IT}$ ?
22. По каким параметрам оценивается разброс значений микротвердости при инструментальном индентировании, какими факторами он обусловлен?
23. Какие требования предъявляются к шероховатости поверхности испытуемого образца при инструментальном индентировании?
24. Как коррелируют между собой прочность и твердость различных материалов?
25. Дайте оценку применения метода инструментального индентирования к диагностике материалов с нанокристаллической структурой.
26. Как взаимосвязаны показатели твердости индентирования  $H_{IT}$  и твердости по шкалам Виккерса  $HV$  при инструментальном индентировании?
27. Как могут быть использованы установленные при инструментальном индентировании величины работы пластической и упругой деформации?
28. Опишите методики испытаний заданием нагрузки и заданием перемещения наконечника при инструментальном индентировании.
29. Какие механические свойства материала наноструктурированного поверхностного слоя позволяет определить метод инструментального индентирования?
30. Какие виды наконечников применяют при инструментальном индентировании?
31. Как рассчитывают функцию площади наконечника при определении твердости  $HM$  по шкалам Мартенса?
32. Какие ограничения накладывают на область применения шкал твердости Мартенса?
33. В чем заключается преимущество определения твердости по шкалам Мартенса по наклону кривой возрастания нагрузки на  $F-h$  диаграмме?

34. Какие свойства материала характеризует твердость индентирования  $H_{IT}$ ?
35. Приведите пример обозначения твердости индентирования  $H_{IT}$ .
36. При какой глубине индентирования допустима корреляция твердости  $H_{IT}$  с твердостью HV по шкалам Виккерса?
37. На основе каких параметров  $F-h$  диаграммы индентирования вычисляют модуль упругости материала поверхностного слоя  $E_{IT}$ ?
38. Как рассчитывают ползучесть материала при индентировании?
39. Как определяют относительное изменение испытательной нагрузки (релаксацию)  $R_{IT}$ ?
40. Как изменяется соотношение пластической и упругой составляющих работы при индентировании?

### *Список библиографических ссылок*

1. Словарь нанотехнологических и связанных с нанотехнологиями терминов [Электронный ресурс]. — URL: <http://thesaurus.rusnano.com/> (дата обращения: 30.05.2020).
2. Зуев, Л. Б., Баранникова, С. А. Физика прочности и экспериментальная механика : учеб. пособие. — Новосибирск : Наука, 2011. — 350 с.
3. Кузнецов, В. П. Теоретическое обоснование и реализация наноструктурирующего выглаживания при обработке прецизионных деталей из конструкционных сталей : дис. ... д-ра техн. наук. — Курган, 2013. — 431 с.
4. ГОСТ Р 8.748—2011 (ИСО 14577—1:2002). — М. : Стандартинформ, 2013. — 28 с.
5. Weiler, W., Behncke, H.-H. Anforderungen an den Eindringkörper für die Universalhärteprüfung // Materialprüfung. — 32 (1990). — 10. — P. 301—303.

6. Meyer, E. Untersuchungen über Härteprüfung und Härte // Z. Ver. Deutsche Ing. — 52 (1908). — P. 645–654.
7. ISO 141577–2:2–15. Metallic materials — instrumented indentation test for hardness and materials parameters. Part 2. Verification and calibration of testing machines. — Germany : BSI, 2015. — 34 p.
8. Oliver, W. C., Pharr, G. M. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments // Journal Materials Research. — 1992. — Vol. 7, No 6. — P. 1564–1583.
9. Sneddon, I. N. The relation between load and penetration in the axisymmetric Boussinesq problem for a punch of arbitrary profile // Int. J. Engng. Sci. — 3 (1965). — P. 47–54.
10. Doerner, M. F., Nix, W. D. A method for interpreting the data from depth sensing indentation instruments // Journal Materials Research. — 1 (1986). — P. 601–609.
11. Field, J. E., Telling, R. H. Research Note. The Young modulus and Poisson ratio of diamond : Research note. — Cambridge : PCS Cavendish Laboratory, Dep. of Physics, 1999. — P. 850–854.
12. King, R. B. Elastic analysis of some punch problems for a layered medium // Int. J. Solids Structures. — 23 (1987). — P. 1657–1664.
13. Heermant, C., Dengel, D. Zur Abschätzung klassischer Werkstoffkennwerte mittels Universalhärteprüfung // Zeitschrift Materialprüfung. — 38 (1996). — P. 374–378.
14. Behncke, H.-H. Bestimmung der Universalhärte und anderer Kennwerte an dünnen Schichten, insbesondere Hartstoffschichten // Härterei-Technische Mitteilung HTM. — 48 (1993). — No 5. — P. 3–10.
15. Grau, P., Ullner, Ch., Behncke, H.-H. Uncertainty of depth sensing hardness // Tagung «Werkstoffprüfung'96» and Zeitschrift Materialprüfung. — 39 (1997). — No 9. — P. 362–367.

---

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

---

Применение современных технологий наноструктурирующей обработки поверхностных слоев конструктивных материалов будет расти в условиях серийного производства высоконадежных изделий, работающих в экстремальных условиях эксплуатации. Развитие недорогостоящих промышленных технологий нанокристаллизации поверхностей, основанных на использовании механических воздействий на материал, имеет большое практическое значение. Эти технологии приводят к формированию уникальных свойств материала поверхностного слоя без каких-либо изменений в химическом составе.

Состоятельность представленных в учебном пособии технологий в большой степени зависит от глубины исследований и понимания механизмов наноструктурирования, установления связи технологических параметров и режимов с параметрами интенсивной пластической деформации для широкого спектра конструкционных материалов.

Представленные в пособии ударно-фрикционные (SMAT, RASP, SNH) и фрикционные (NSB) технологии в настоящее время наиболее глубоко разработаны и исследованы. Подробно описаны особенности наноструктурирования поверхностных слоев углеродистых и нержавеющей аустенитных сталей. Представленные материалы многочисленных исследований позволяют обучающимся перенести эти знания на создание нового оборудования и инструмента, расширить области применения для повышения ресурса изделий машиностроения и в других областях промышленности.

Для исследований технологии наноструктурирующего выглаживания разработан ряд новых методов исследований параметров интенсивной пластической деформации во взаимосвязи с технологическими параметрами, в частности, определение степени и скорости деформации при изменении скорости скольжения индентора.

Значительный интерес для студентов и специалистов представляют методические основы и результаты исследования трибологических свойств и теплостойкости поверхностных слоев двух низкоуглеродистых и нержавеющей аустенитной сталей после нанокристаллизации.

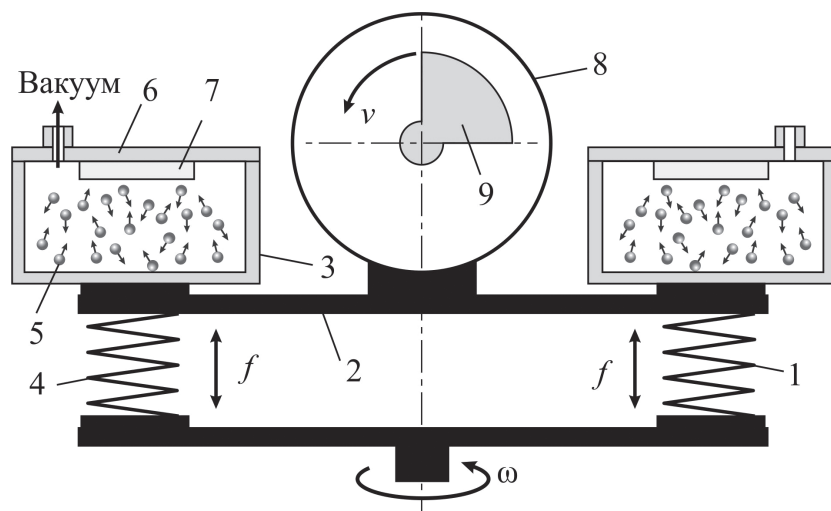
Представленные результаты исследований механизмов и технологий наноструктурирования получены на основе применения современных методов измерений и приборов.

---

## ПРИЛОЖЕНИЕ 1 (справочное)

---

### Промышленная SMAT-установка



Промышленная SMAT-установка с двумя камерами:

- 1 — пружина; 2 — виброплатформа; 3 — бункер; 4 — пружина;  
5 — шарики; 6 — крышка; 7 — образец; 8 — мотор; 9 — эксцентрик

## ПРИЛОЖЕНИЕ 2 (справочное)

*Влияние материала индентора и СОТС на коэффициент трения*

*Таблица П2.1*

**Влияние инструментального материала индентора,  
смазочно-охлаждающей технологической среды (СОТС) и нагрузки  $F$   
на коэффициент трения  $\mu$  при деформировании поверхности  
цементованной стали марки 20Х (HRC 55...60)**

Материал индентора	СОТС	Коэффициент трения $\mu$ при нагрузке на индентор				
		$F = 200 \text{ Н}$	$F = 350 \text{ Н}$	$F = 500 \text{ Н}$	$F = 750 \text{ Н}$	$F = 1000 \text{ Н}$
Алмаз природный	Rhenus	0,05	0,08	0,09	0,10	0,10
	Воздух	0,07	0,06	0,07	0,08	0,08
	Аргон	0,07	0,09	0,10	0,10	0,09
Алмаз синтетический АСПМ-3	Rhenus	0,08	0,10	0,09	0,10	0,10
	Воздух	0,08	0,09	0,09	0,10	0,11
	Аргон	0,08	0,10	0,10	0,13	0,12
ПСТМ DBN	Rhenus	0,13	0,13	0,12	0,13	0,12
	Воздух	0,34	0,31	0,27	0,29	0,27
	Аргон	0,35	0,32	0,27	0,29	0,28
Твердый сплав ВК8	Rhenus	0,09	0,09	0,09	0,10	0,13
	Воздух	0,42	0,35	0,32	0,35	0,22
	Аргон	0,42	0,38	0,35	0,33	0,32

Таблица П2.2

**Влияние материала индентора и смазочно-охлаждающей технологической среды (СОТС) на коэффициент трения  $\mu$  при испытании с нагрузкой 230 Н по поверхности стали марки 20Х13 (НВ 270)**

Материал индентора	СОТС	Коэффициент трения $\mu$
Алмаз природный	Rhenus	0,09
	Воздух	0,09
Алмаз синтетический АСПМ-3	Rhenus	0,12
	Воздух	0,30
PCTM DBN	Rhenus	0,13
	Воздух	0,55*
Твердый сплав ВК8	Rhenus	0,17
	Воздух	0,71*

\* Адгезионное схватывание.

Таблица П2.3

**Влияние материала индентора и смазочно-охлаждающей технологической среды (СОТС) на коэффициент трения  $\mu$  при испытании с нагрузкой 230 Н по поверхности стали марки 20Х13 (НВ 460)**

Материал индентора	СОТС	Коэффициент трения $\mu$
Алмаз природный	Rhenus	0,05
	Воздух	0,07
Алмаз синтетический АСПМ-3	Rhenus	0,11
	Воздух	0,14
PCTM DBN	Rhenus	0,31
	Воздух	0,45
Твердый сплав ВК8	Rhenus	0,14
	Воздух	0,71*

\* Адгезионное схватывание.



Таблица П2.4

**Влияние материала индентора, смазочно-охлаждающей технологической среды (СОТС) и нагрузки  $F$  на коэффициент трения  $\mu$  при скольжении по поверхности стали марки 10X18 H10 T**

Материал индентора	СОТС	Коэффициент трения $\mu$ при нагрузке на индентор				
		$F = 230 \text{ Н}$	$F = 340 \text{ Н}$	$F = 490 \text{ Н}$	$F = 735 \text{ Н}$	$F = 980 \text{ Н}$
Алмаз природный	СОЖ	0,07	—	0,07	0,08	0,08
	Воздух	0,08	—	0,09	0,08	0,09
	Аргон	0,08	—	0,08	0,08	0,07
Алмаз синтетический АСПМ-3	СОЖ	0,08	—	0,10	0,10	0,12
	Воздух	0,10	—	0,13	0,16	0,16
	Аргон	0,11	—	0,20	0,17	0,18
ПСТМ DBN	СОЖ	0,13	0,32*	0,41*	0,41*	—
	Воздух	0,54*	0,51*	—	—	—
	Аргон	0,60*	0,58*	—	—	—
Твердый сплав ВК-8	СОЖ	—	—	—	0,54*	0,53*
	Воздух	0,66*	0,56*	—	—	—
	Аргон	0,58*	0,70*	—	—	—

\* Адгезионное схватывание.

---

## ПРИЛОЖЕНИЕ 3 (справочное)

---

### *Исследование химического состава поверхности инденторов после деформирования поверхности высокоотпущенной стали марки 20Х13 (НВ 270)*

Исследование химического состава поверхности инденторов после деформирования высокоотпущенной стали марки 20Х13 (НВ 270) проведены с использованием сканирующего электронного микроскопа с установленным на него энергодисперсионным микроанализатором химических элементов.

На рабочей поверхности индентора из природного алмаза после трибологических испытаний возникает темное пятно фрикционного контакта (участок 1 на рис. ПЗ.1, а). На указанном участке поверхности индентора отсутствуют видимые следы переноса стали (рис. ПЗ.1, б), однако наблюдается повышенное содержание железа (на 0,4 %) и кислорода (на 0,7 %) (рис. ПЗ.1, в, д) по сравнению с периферийным участком 2 (рис. ПЗ.1, з, е). Следовательно, в пятне фрикционного контакта индентора из природного алмаза присутствуют в небольшом количестве окислы железа.

В отличие от рассмотренного случая, в зоне фрикционного контакта со стальным диском индентора из синтетического алмаза наблюдается участок с выраженным массопереносом на поверхность индентора высокохромистой стали (участок 1 на рис. ПЗ.2, а, б). На это указывают пониженное содержание углерода (рис. ПЗ.2, в) и повышенные концентрации железа (рис. ПЗ.2, з) и хрома (рис. ПЗ.2, д), установленные по результатам качественного поэлементного картирования участка 1, а также более значительные количественные показатели наличия железа (79,7 %) и хрома (11,2 %) в точке 1 (рис. ПЗ.2, е) по сравнению с концентрациями этих элементов в точке 2 (рис. ПЗ.2, ж).

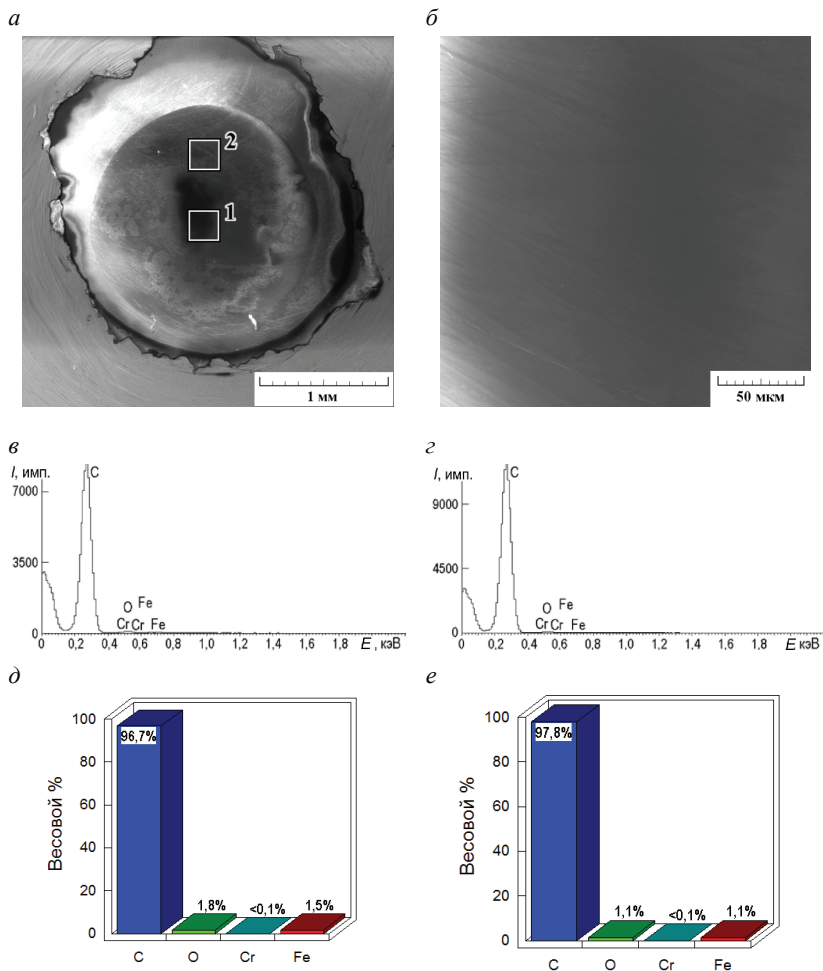


Рис. ПЗ.1. Характеристики поверхности индентора из природного алмаза после фрикционного нагружения на воздухе стали марки 20Х13 (НВ 270):

*а* — изображение на электронном сканирующем микроскопе общего вида индентора; *б* — изображение участка 1 с общего вида; *в*, *д* и *г*, *е* — энергодисперсионные спектры и гистограммы количественного содержания элементов соответственно для участков 1 и 2 на общем виде

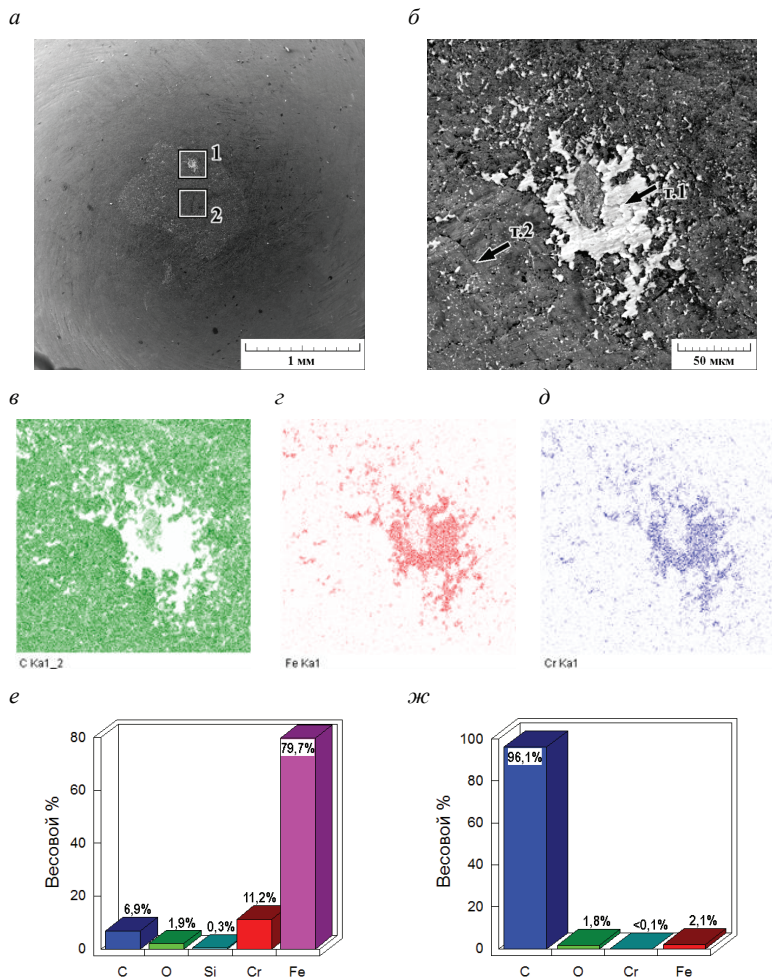


Рис. П3.2. Характеристики поверхности индентора из синтетического алмаза после фрикционного нагружения на воздухе стали марки 20X13 (HV 270):

*а* — изображение на электронном сканирующем микроскопе общего вида индентора; *б* — изображение участка 1 с общего вида; *в*, *г*, *д* — распределение на участке 1 углерода, железа, хрома; *е* и *ж* — гистограммы количественного содержания элементов соответственно в точках 1 и 2 на рис. П3.2, *б*

Как следует из рис. ПЗ.3, основная часть зоны фрикционного контакта индентора из синтетического алмаза характеризуется переносом отдельных стальных частиц существенно меньших размеров, чем на участке 1 (см. рис. ПЗ.2, *а*). Среднее количество железа на участке 2 составляет 11,2 % (рис. ПЗ.3, *б*).

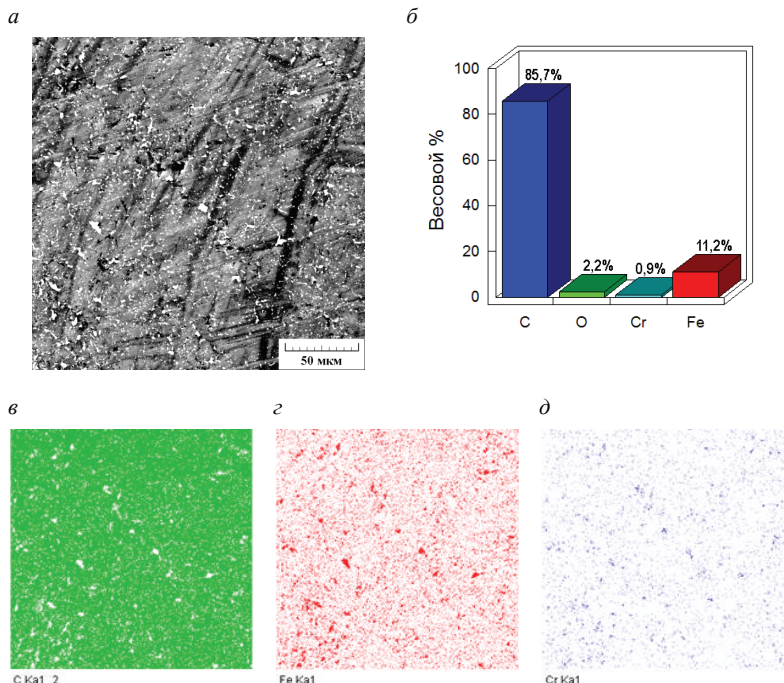


Рис. ПЗ.3. Характеристики поверхности индентора из синтетического алмаза после фрикционного нагружения на воздухе стали марки 20X13 (HВ 270):

*а* — изображение на электронном сканирующем микроскопе участка 2 с рис. ПЗ.2, *а*; *б* — гистограммы количественного содержания элементов на участке 2; *в*, *г*, *д* — распределение на участке 2 углерода, железа, хрома

Таким образом, приведенные на рис. ПЗ.2 и ПЗ.3 экспериментальные данные свидетельствуют о массопереносе на индентор из синтетического алмаза некоторого количества материа-

ла диска. Это происходит несмотря на отсутствие выраженного адгезионного схватывания на поверхности стали при нагружении указанным индентором.

Массоперенос стали марки 20Х13 на поверхность индентора из синтетического алмаза при деформировании на воздухе приводит к возникновению на отдельных участках зоны фрикционного контакта одноименной пары трения «сталь — сталь» и соответствующему росту коэффициента трения до  $\mu = 0,30$ . Если же индентор выполнен из природного алмаза, на поверхность которого не было выраженного переноса стали в процессе сухого трения, коэффициент трения при фрикционном нагружении на воздухе сохранился на столь же низком уровне ( $\mu = 0,09$ ), как и при испытаниях с СОЖ.

На вершинах инденторов из мелкокристаллического нитрида бора и твердого сплава после деформирования на воздухе наблюдается повышение концентрации железа соответственно до 38,4 % и 57,8 % и хрома соответственно до 14,0 % и 8,8 % (рис. ПЗ.4 и ПЗ.5, участок 1). Следовательно, происходит активное налипание стали на поверхность указанных инденторов.

Адгезионному массопереносу высокохромистой стали на рабочие поверхности инденторов из синтетического поликристаллического алмаза, мелкокристаллического нитрида бора и твердого сплава способствует повышенная шероховатость их поверхностей ( $Ra = 28...68$  нм) по сравнению с шероховатостью индентора из природного алмаза ( $Ra = 4...5$  нм). Монокристалл природного алмаза в процессе фрикционного взаимодействия со стальной поверхностью характеризуется также, по-видимому, минимальной адгезией (молекулярным притяжением поверхностей). Наибольшая адгезия в контактирующей паре «индентор — стальной диск» отмечена у твердого сплава ВК8, состоящего из карбидов вольфрама, распределенных в кобальтовой связке. Это проявляется в наиболее интенсивном адгезионном схватывании на поверхности стали и самом активном переносе стали на твердосплавный индентор (рис. ПЗ.4).

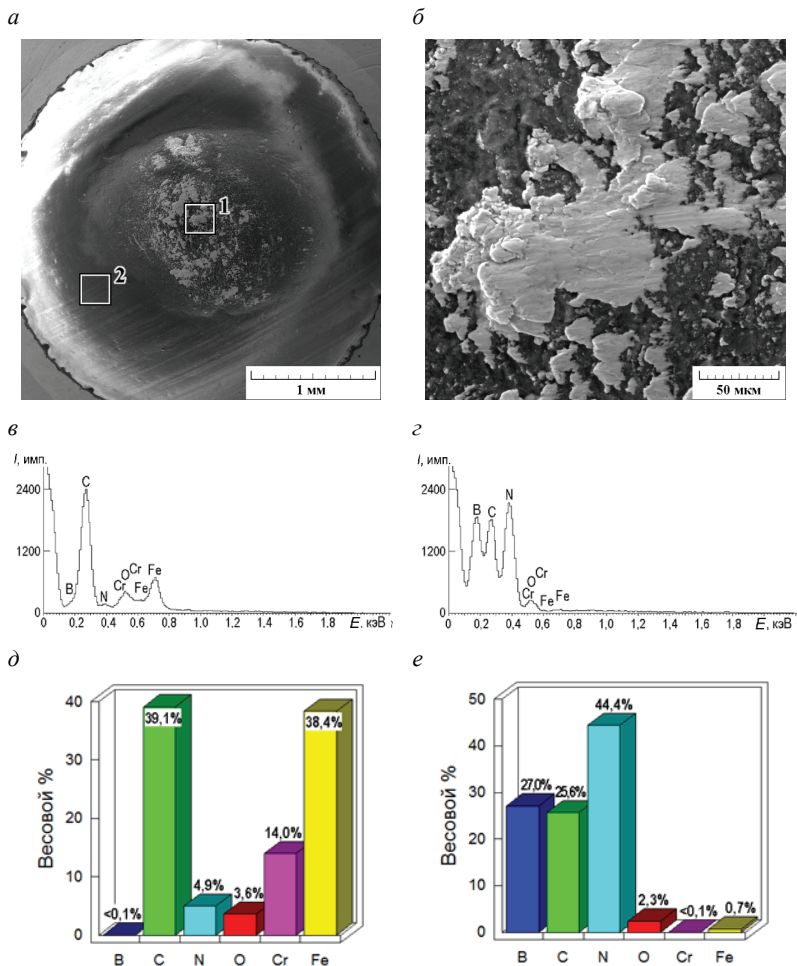


Рис. ПЗ.4. Характеристики поверхности индентора из мелкокристаллического нитрида бора после фрикционного нагружения на воздухе стали марки 20Х13 (НВ 270):

*а* — изображение на электронном сканирующем микроскопе общего вида индентора; *б* — изображение участка 1 с общего вида; *в*, *д* и *г*, *е* — энергодисперсионные спектры и гистограммы количественного содержания элементов соответственно для участков 1 и 2 на общем виде



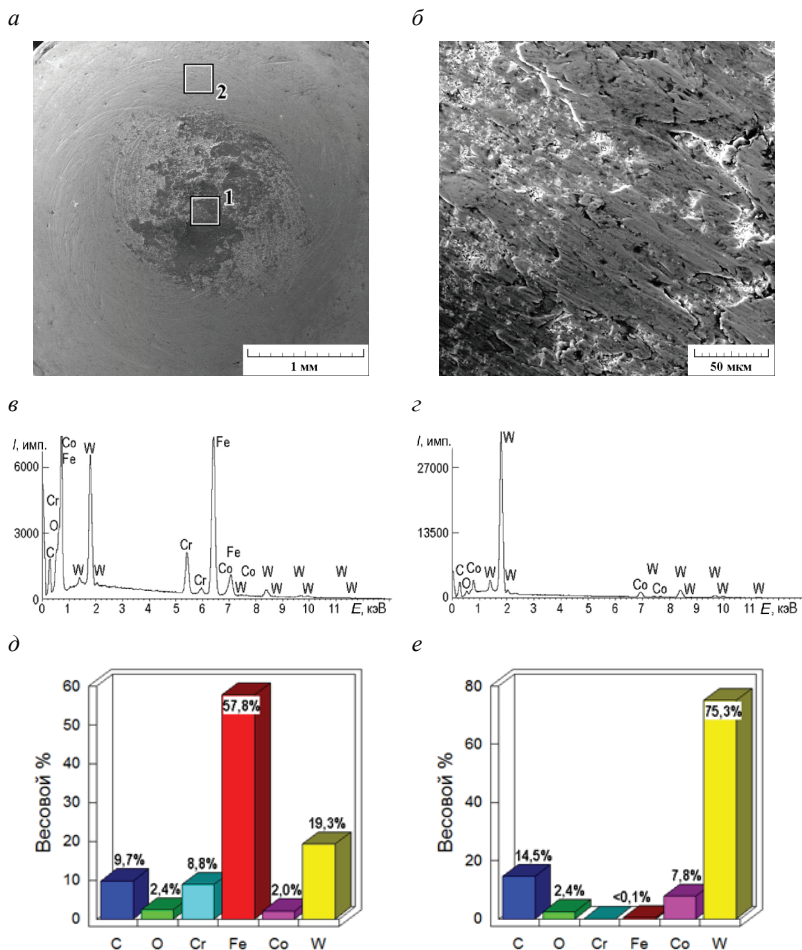


Рис. ПЗ.5. Характеристики поверхности индентора из твердого сплава ВК8 после фрикционного нагружения на воздухе стали марки 20Х13 (НВ 270):

*а* — изображение на электронном сканирующем микроскопе общего вида индентора; *б* — изображение участка 1 с общего вида; *в*, *д* и *г*, *е* — энергодисперсионные спектры и гистограммы количественного содержания элементов соответственно для участков 1 и 2 на общем виде



Анализ рис. ПЗ.2—ПЗ.5 показывает, что при использовании синтетического нитрида бора DBN и твердого сплава ВК8 возрастает интенсивность рассматриваемого массопереноса и, следовательно, площадь участков одноименной пары трения «сталь — сталь» в зоне фрикционного контакта. Одноименные пары трения, вследствие абсолютного химического сродства контактирующих поверхностей, обладают высокой адгезией и, следовательно, повышенной молекулярной составляющей коэффициента трения. В результате при трении на воздухе для стали 20Х13 (НВ 270) наблюдается рост значений коэффициента трения от  $\mu = 0,30$  у индентора из синтетического алмаза до  $\mu = 0,55$  у индентора из нитрида бора и  $\mu = 0,71$  у индентора из сплава ВК8.

---

# ОГЛАВЛЕНИЕ

---

ВВЕДЕНИЕ .....	3
Список библиографических ссылок .....	6
ГЛАВА 1. Теоретические основы и технологии формирования наноструктурированного поверхностного слоя интенсивной пластической деформацией .....	8
1.1. Современные представления о наноструктурировании конструкционных материалов интенсивной пластической деформацией .....	8
1.2. Механические методы воздействия на поверхностный слой и технологии наноструктурирования .....	13
Контрольные вопросы .....	19
Список библиографических ссылок .....	20
ГЛАВА 2. Промышленная технология наноструктурирования поверхностей SMAT-обработкой .....	23
2.1. Схема и основные параметры процесса .....	23
2.2. Механизмы нанокристаллизации материалов с высокой энергией дефектов упаковки .....	25
2.3. Механизмы нанокристаллизации материалов с низкой энергией дефектов упаковки .....	29
2.4. Свойства поверхностного слоя нержавеющей сталей после SMAT-обработки .....	34
2.5. Развитие SMAT-технологии наноструктурирования поверхностей: RASP- и SNH-обработка .....	40
Контрольные вопросы .....	45
Список библиографических ссылок .....	45
ГЛАВА 3. Наноструктурирующее выглаживание поверхностных слоев конструкционных материалов .....	47
3.1. Схема, параметры управления и кинематика наноструктурирующего выглаживания при нанокристаллизации цилиндрической и плоских поверхностей .....	47

3.2. Обоснование выбора материала рабочих элементов инденторов инструмента и определение коэффициента трения при наноструктурирующем выглаживании.....	53
3.3. Определение кратности нагружения материала .....	66
3.4. Определение влияния скорости скольжения индентора на степень, скорость пластической деформации и формирование микроструктуры .....	69
3.5. Свойства поверхностного слоя после наноструктурирующего выглаживания .....	76
Контрольные вопросы .....	103
Список библиографических ссылок .....	104
ГЛАВА 4. Методы структурно-фазового анализа наноструктурированных поверхностных слоев .....	106
4.1. Просвечивающая электронная микроскопия .....	106
4.2. Сканирующая электронная микроскопия .....	118
4.3. Рентгеноструктурный анализ.....	127
Контрольные вопросы .....	132
Список библиографических ссылок .....	133
ГЛАВА 5. Методы исследования механических свойств наноструктурированных поверхностных слоев .....	134
5.1. Методы измерения микро- и нанотвердости .....	134
5.2. Инструментальное индентирование .....	142
5.3. Измерительное царапание .....	165
Контрольные вопросы .....	167
Список библиографических ссылок .....	170
ЗАКЛЮЧЕНИЕ.....	172
ПРИЛОЖЕНИЕ 1 (справочное). Промышленная SMAT-установка .....	174
ПРИЛОЖЕНИЕ 2 (справочное). Влияние материала индентора и СОТС на коэффициент трения .....	175
ПРИЛОЖЕНИЕ 3 (справочное). Исследование химического состава поверхности инденторов после деформирования поверхности высокоотпущенной стали марки 20Х13 (НВ 270) ....	178

*Учебное издание*

**Кузнецов Виктор Павлович**  
**Скоробогатов Андрей Сергеевич**

**ТЕХНОЛОГИИ ФОРМИРОВАНИЯ  
И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ  
НАНОСТРУКТУРИРОВАННОГО  
ПОВЕРХНОСТНОГО СЛОЯ  
КОНСТРУКЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ**

**Редактор И. В. Меркурьева**  
**Верстка Е. В. Ровнушкиной**

Подписано в печать 08.07.2020. Формат 60×84 1/16.  
Бумага писчая. Цифровая печать. Усл. печ. л. 10,93.  
Уч.-изд. л. 8,1. Тираж 50 экз. Заказ 157.

Издательство Уральского университета  
Редакционно-издательский отдел ИПЦ УрФУ  
620049, Екатеринбург, ул. С. Ковалевской, 5  
Тел.: 8 (343) 375-48-25, 375-46-85, 374-19-41  
E-mail: rio@urfu.ru

Отпечатано в Издательско-полиграфическом центре УрФУ  
620083, Екатеринбург, ул. Тургенева, 4  
Тел.: 8 (343) 358-93-06, 350-58-20, 350-90-13  
Факс: 8 (343) 358-93-06  
<http://print.urfu.ru>





#### **КУЗНЕЦОВ ВИКТОР ПАВЛОВИЧ**

Доктор технических наук, доцент, профессор кафедры «Термообработка и физика металлов» Уральского федерального университета имени первого Президента России Б. Н. Ельцина.

Научные интересы: разработка методов упрочнения поверхностных слоев сталей наноструктурированием в процессе механической обработки; исследования влияния температуры и напряженно-деформированного состояния материала на закономерности формирования нанокристаллической структуры, свойств и микропрофиля поверхности.

Автор 75 патентов РФ на изобретения и полезные модели, монографии и 120 статей в ведущих отечественных и зарубежных журналах.

Почетный работник высшего профессионального образования РФ.



#### **СКОРОБОГАТОВ АНДРЕЙ СЕРГЕЕВИЧ**

Кандидат технических наук, начальник лаборатории материаловедения ООО «Предприятие «Сенсор» г. Курган.

Научные интересы: моделирование процессов и управление тепловым состоянием сталей при наноструктурировании поверхностей скользящим инструментом; исследования микромеханических и трибологических свойств поверхностных слоев после упрочняющей обработки.

Автор 6 патентов РФ и 15 статей.